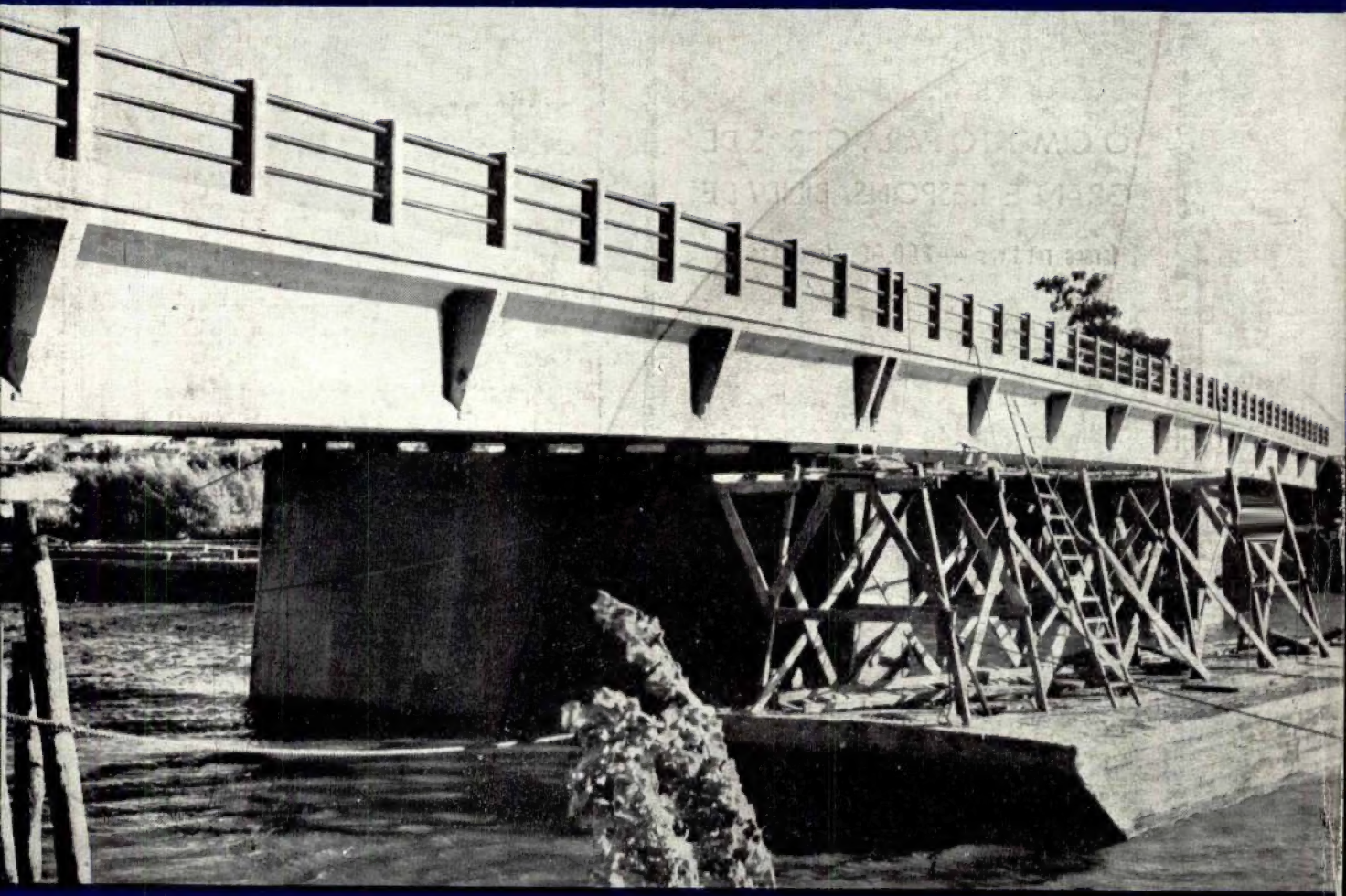
TÉCNICA



REVISTA DE ENGENHARIA DOS ALUNOS DO I.S.T.

N.° 244 - JULHO - 1954

CIMENTO SECIL

O CIMENTO PARA OBRAS DE GRANDE RESPONSABILIDADE

4 fornos rotativos — 300.000 toneladas anuais

Fábrica no Outão — Setúbal

Lisboa — Rua do Comércio, 56-3.º

ELECTRO-ARCO
LIMITADA

ELECTRODIOS
POSTOS E ACESSORIOS
PARA A SOLDADURA ELECTRICA

MATERIAL APROVADO PELO
LLOYD'S REGISTER OF SHIPPING

FÁBRICA E LABORATÓRIOS
VENDA NOVA — AMADORA
LISBOA
RUA SILVA CARVALHO, 239 — TEL 63649
PORTO
RUA DO BOLHÃO, 216 — TEL 21277

Cimento «Liz» hidrofugado «N»

PRÓPRIO PARA

IMPERMEABILIZAÇÃO DE OBRAS

REBOCOS, FUNDAÇÕES, PAREDES, ETC.

Substitue com vantagem de ordem técnica e económica todos os impermeabilizadores conhecidos.

Em sacos de papel de 50 quilos

Peçam instruções para o seu emprêgo

Sede: Rua do Cais de Santarém, 64, 1.º — LISBOA
Filial: Rua de Santo António, 190-A, 1.º — PORTO

Agentes em todo o País

TÉCNICA

REVISTA DE ENGENHARIA DOS ALUNOS DO INSTITUTO SUPERIOR TÉCNICO

Ano XXIX - N.º 244 Julho de 1954

Redacção e Administração: AVENIDA ROVISCO PAIS, I.S.T. * LISBOA-N. * TELEF. 77 0144 (Linha 50)

DIRECTOR
JOSÉ MANUEL DA CRUZ MORAIS

ADMINISTRADOR
FERNANDO MARQUES DE OLIVEIRA

SECRETARIO
VIRGÍLIO DOS REIS CARDOSO IGREJA

CORPO REDACTORIAL
ANTÓNIO SEVERINO PINTO
CARLOS M. NOGUEIRA MARTINS
JOÃO PEDRO ANTUNES GOMES
LUIZ F. LUCENA FERREIRA

*

NUMERO AVULSO 12$50

ASSINATURAS:

	3 N.os	5 N.os	10 N.os
Continente e Ilhas	32$50	50$00	95$00
Colónias Portuguesas e Estrangeiro	—	55$00	100$00

*

EDITOR E PROPRIETÁRIO
ASS. DOS ESTUD. DO I.S.T.

*

COMPOSTO E IMPRESSO
NA
Tip. JORGE FERNANDES, L.DA
RUA CRUZ DOS POIAIS, 103
LISBOA

SUMÁRIO

CAPA — Ponte da Vala Nova em Benavente — Construída em betão pré-esforçado pela Soc. de Empreitadas e Trabalhos Hidráulicos.

Págs.

Tratamento térmico de aços
Pelo Eng.º Dipl. (I. S. T.) Vítor Pinto Pinheiro 587

Utilização da sonda de mina num jazigo mineral — Exemplos de aplicação recentes nas minas de Aljustrel
Pelo Eng.º de Minas (U. P.) Ruy Freire de Andrade 595

Notas informativas — **Elementos sobre a produção e consumo de energia na rede eléctrica nacional** 604

Transportes fora das estradas
Eng.º Civil (I. S. T.) Fernando Ferreira Chaves 605

Composição do destilado e do resíduo na rectificação
Por Manuel M. Frias de Almeida e Sá 611

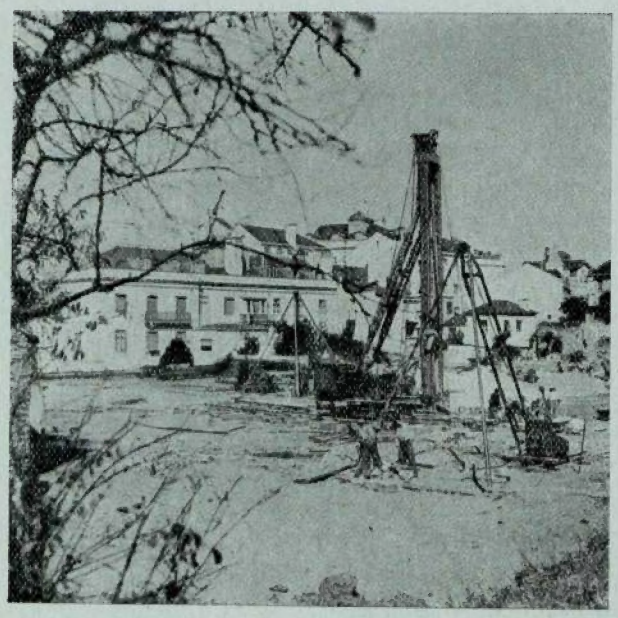
Métodos de análise dos minérios de urânio 621

O método de relaxação — Sua aplicação aos reticulados contínuos
Pelo Eng.º Civil (U. P.) João Araújo Sobreira 633

Biblioteca 663

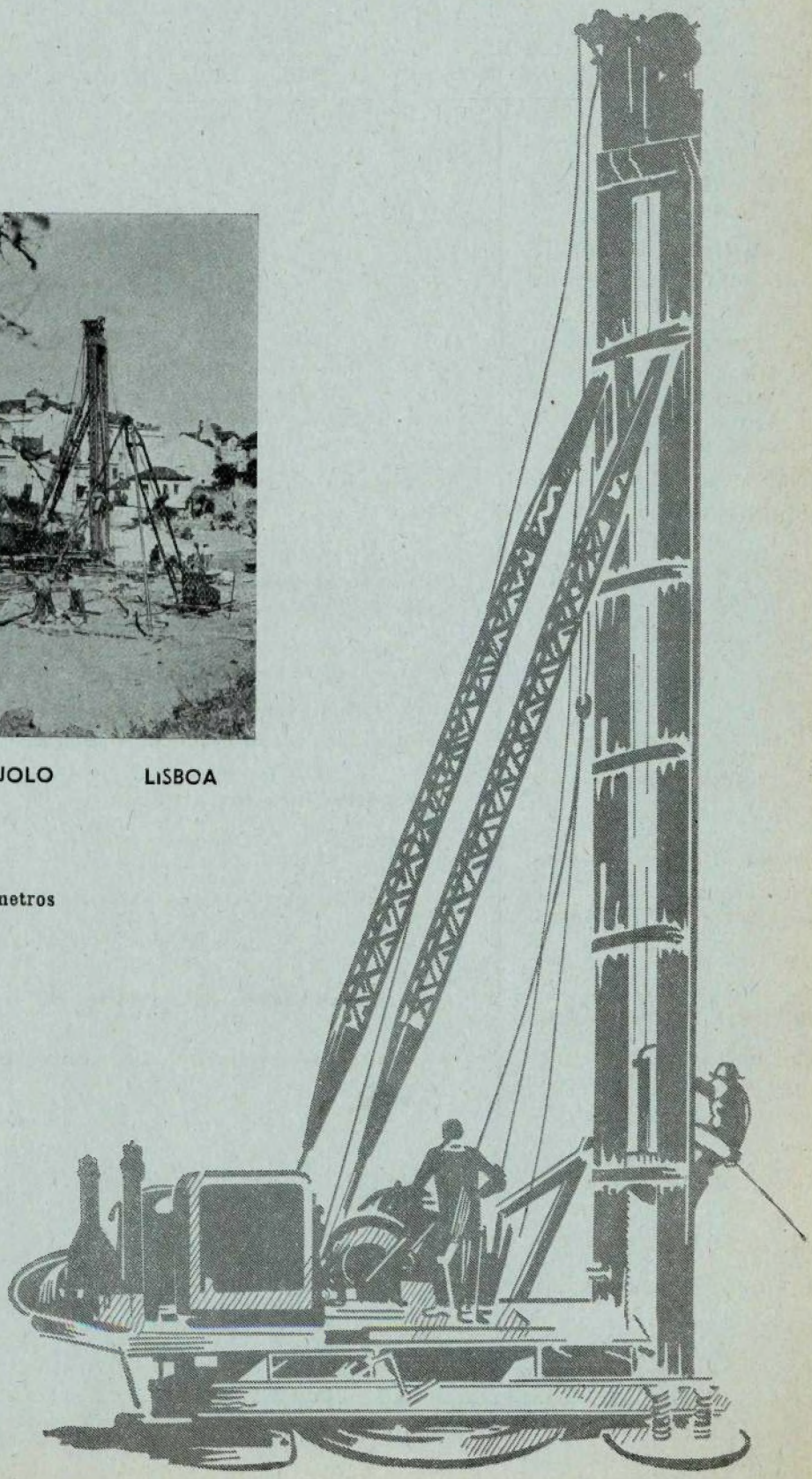
OS ARTIGOS PUBLICADOS NESTA REVISTA SÃO DE EXCLUSIVA RESPONSABILIDADE DOS AUTORES

FUNDAÇÕES FRANKI



MERCADO FORNO DO TIJOLO LISBOA

163 estacas ø 305 mm.
146 estacas ø 406 mm.
51 estacas ø 520 mm.
Comprimento total — 2.020 metros



SOCIEDADE
CONSTRUTORA
PORTUGUESA, L.DA
P. DO AREEIRO, 9, 4.º-E.
TELEF. 7 6061 - LISBOA

TÉCNICA

DIRECTOR — JOSÉ M. CRUZ MORAIS ADMINISTRADOR — FERNANDO MARQUES DE OLIVEIRA
SECRETÁRIO: VIRGÍLIO DOS REIS CARDOSO IGREJA
CORPO REDACTORIAL — ANTÓNIO SEVERINO PINTO, CARLOS M. NOGUEIRA MARTINS, JOÃO PEDRO ANTUNES GOMES E LUIZ F. LUCENA FERREIRA

Ano XXIX - N.º 244 Julho de 1954

C. D. 669.14.04

TRATAMENTO TÉRMICO DE AÇOS

PELO ENG.º DIPL. (I. S. T.) VÍTOR PINTO PINHEIRO
Assistente do I. S. T.

Os tratamentos térmicos dos aços consistem essencialmente em aquecer a peça que se pretende tratar, aquecimento que se deve manter durante um tempo determinado a uma temperatura adequada para cada tipo de aço e em a arrefecer com velocidade que se controla. Consegue-se, assim, alterar a distribuição do carbono, alterando ao mesmo tempo as propriedades físicas do material.

Simples de definir e praticados tradicional e quase empìricamente para melhorar ou fazer aparecer nos aços certas propriedades físicas de interesse prático, as operações que compõem os tratamentos térmicos foram adquirindo cada vez maior importância, complexidade e delicadeza, à medida que aumentaram as aplicações dos metais de matriz ferrosa e que as composições destes se complicaram pela introdução de variados e numerosos elementos de liga.

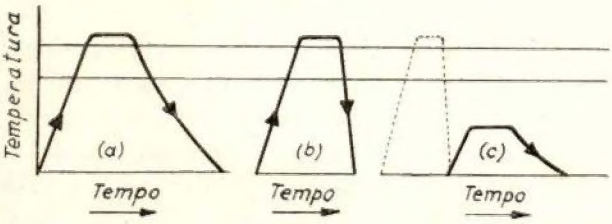


Fig. 1 — Ciclos de tratamento térmico: *(a)* recozimento, *(b)* têmpera, *(c)* revenido

Não se passa, no âmbito destas notas, de considerações de ordem geral, as quais são, no entanto, fundamentais destes fenómenos; aplicam-se mais directamente aos aços carbono e para o caso de aços especiais haverá que ter em conta a influência de elementos de liga presentes.

*

São tratamentos fundamentais o *recozimento*, a *têmpera* e o *revenido*, esquematizados na figura 1. No primeiro caso o ciclo compõe-se de aquecimento até uma temperatura conveniente, de permanência a essa temperatura durante um certo tempo (factor predominante da recristalização) e de um arrefecimento lento; a têmpera inclui aquecimento e permanência em regime, como no primeiro caso, e completa-se com um arrefecimento rápido, circunstância que a inclinação do segmento respectivo indica; o revenido, seguindo-se à têmpera, apresenta um ciclo de andamento idêntico ao do recozimento, mas a temperatura máxima atingida não ultrapassa um certo limite, ao qual nos referiremos.

Indica-se na figura 2 uma parte do diagrama de equilíbrio ferro-carbono; a zona referente a teores de carbono superiores a 1.7 % só interessa para o estudo das gusas.

A parte inferior da figura esquematiza sucintamente as transformações que acompanham o arrefecimento lento (tanto quanto possível em condições aproximadas das de equilíbrio) de aços com 0.3 %, 0.8 % e 1.1 % de carbono, representativos dos três tipos de aço que interessa distinguir: *hipoeutetoides*, de matriz ferrítica, macios e ducteis; *eutetoides*, de matriz perlítica e *hipereutetoides*, cementíticos, duros e frágeis.

Recordemos que o ferro pode apresentar diferentes formas alotrópicas, consoante a temperatura a que se encontra; a forma delta, com

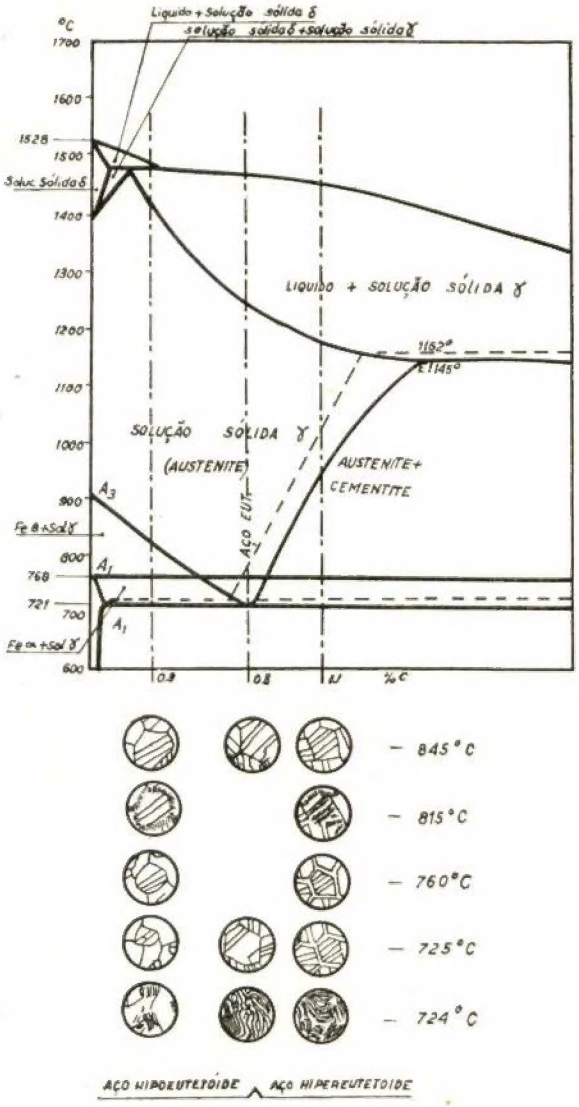


Fig. 2 — Diagrama Fe—C: zona respeitante aos aços

estrutura cristalina cúbica de corpo centrado é apenas estável às temperaturas elevadas, o ferro gama (austenite) apresenta rede cristalina cúbica de faces centradas e a forma alfa, ou ferrite, de rede estrutural cúbica de corpo centrado é a única forma estável à temperatura ambiente e mais macia do que a austenite.

A cementite, composto químico bem definido, Fe_3C, com 6.7 % de carbono é um constituinte de estrutura cristalina complexa, muito duro e frágil. A perlite, como o diagrama indica, é um eutetoide composto de camadas alternadas de cementite e ferrite com dureza e fragilidade intermédias em relação às dos seus componentes.

Se acompanharmos o arrefecimento lento de uma liga com 0.3 % C., verifica-se que a solidificação começa a cerca de 1520° C. com o aparecimento dos primeiros cristais delta contendo 0.05 % C.; a cerca de 1490° C., a fase delta contém aproximadamente 0.1 % e o líquido 0.5 % C., realizando-se a esta temperatura a reacção peritética que dá lugar ao aparecimento da fase gama com 0.18 % C. Descendo a temperatura até 1470° C., solidifica o líquido ainda presente; a austenite terá portanto a mesma composição do líquido inicial. A cerca de 815° C. tem início a precipitação de ferrite; próximo de 725° C., toda a austenite se transformará em perlite (ferrite e cementite).

Com outros teores de carbono, o arrefecimento segue caminhos idênticos ao apontado e no aquecimento de ligas ferro-carbono desde temperaturas baixas, os fenómenos repetem-se, aproximadamente e em ordem inversa.

Verifica-se no entanto uma certa histerese nestas transformações, as quais não se localizam às mesmas temperaturas quando se aquece ou

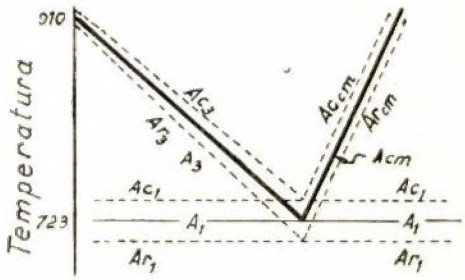


Fig. 3 — Zona crítica das transformações no sistema Fe—C; temperaturas de transformação durante o aquecimento e o arrefecimento

arrefece um aço. Assim, as temperaturas críticas, às quais os fenómenos se realizam são diferenciados, como se indica na figura 3; a nomenclatura consagrada deriva das designações francesas: «A», de arrêt, «r», de refroidissement, «c», de chauffage, «m», de moyenne.

De qualquer maneira e qualquer que seja a história anterior da peça, o aquecimento de um aço até temperaturas superiores às da zona crítica, confere ao material uma estrutura austenítica; a maior ou menor permanência em regime favorecerá o aumento do tamanho dos grãos,

devendo atender-se a que a granulometria grosseira prejudica certas propriedades mecânicas.

Na figura 4 esquematiza-se o efeito sobre a estrutura cristalina de um aço do aquecimento até temperaturas acima da zona crítica; nota-se que a deformação a quente é seguida de recris-

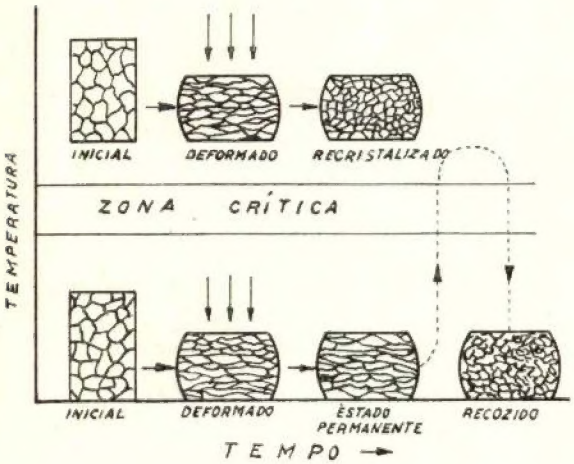


Fig. 4 — Efeitos sobre a estrutura cristalina das deformações a quente e a frio

talização, ao passo que o material encruado por deformação mecânica à temperatura ambiente não retoma a estrutura cristalina que o caracterizava, sem que o aquecimento se verifique.

*

O recozimento, como se infere do que atrás fica dito, é uma operação relativamente simples. Requer no entanto certos cuidados no aquecimento que deve ser uniforme para toda a peça, o que obriga, no caso de peças de grande espessura, a elevações de temperatura muito lentas.

A temperatura conveniente para o recozimento, depende do teor em carbono do aço sujeito a tratamento; deve exceder em 50 a 100° C. o respectivo limite superior da zona crítica. Abaixo, corre-se o risco de não obter uma estrutura austenítica homogénea e aquecimentos mais fortes podem originar granolumetrias muito grosseiras.

Calcula-se, em geral, o tempo de permanência em regime em cerca de 20 minutos por cada cm de espessura.

A atmosfera do forno é outro elemento de bastante interesse, porque, muito oxidante, origina perdas importantes por oxidação e diminuições sensíveis de dureza por descarburação superficial do aço.

Se as peças são de fraca secção, o arrefecimento tem lugar dentro do próprio forno e para peças de grandes dimensões pode efectuar-se em cal, cinza, areia, etc. Como regra, o arrefecimento deve ser tanto mais lento quanto mais elevado é o teor em carbono.

Arrefecendo ao ar, obtém-se uma granolumetria mais fina e a operação toma o nome de *normalização*; a ferrite não se separa completamente e a austenite origina perlite lamelar fina.

Na figura 5 apresenta-se um quadro que esquematiza a influência do recozimento sobre a estrutura dos aços carbono; em forma gráfica traduz-se tanto quanto possível o aparecimento da estrutura austenítica a partir de qualquer uma estrutura

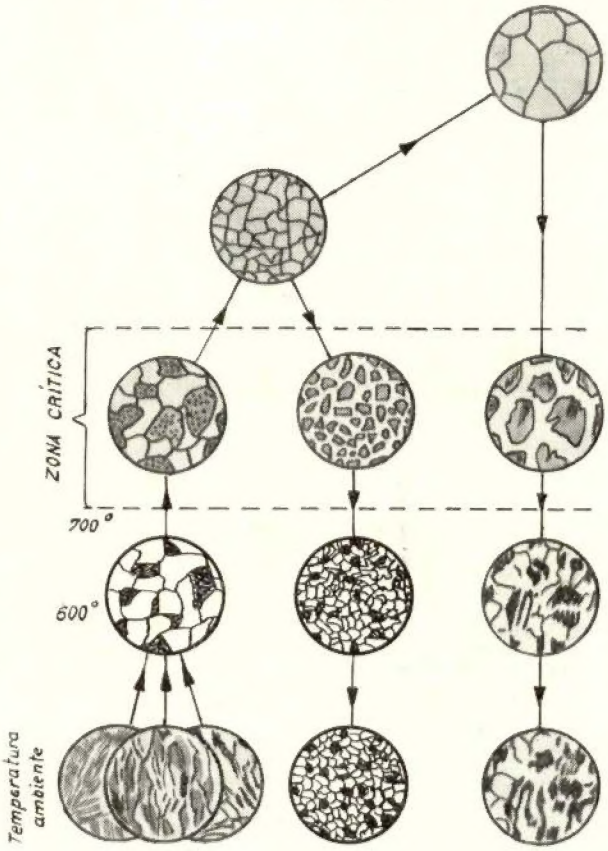


Fig. 5 — Mecanismo do recozimento; influência sobre o tamanho do grau da temperatura máxima atingida e do tempo de aquecimento

cristalina que o aço apresente a frio e a estrutura resultante do arrefecimento que caracteriza este tratamento térmico.

*

A têmpera, caracteriza-se pelo brusco arrefecimento do material.

Não é possível verificar-se como no caso anterior, a resolução da austenite em ferrite e cemen-

tite, à passagem da zona crítica, por diminuição de solubilidade do carbono; assim, haverá uma fraca ou nenhuma separação de cementite, se a velocidade do arrefecimento for grande e este tratamento térmico ficará caracterizado pelo aparecimento da martensite, visto que a transformação alotrópica gama-alfa se verifica, qualquer que seja o regime de arrefecimento.

São representação habitual deste fenómeno as conhecidas curvas em S ou diagramas TTT, de Bain e Davenport, às quais mais adiante se faz uma referência. Consideramos antes disso uma outra exposição mais simples, de Colpaert.

A transformação da austenite, atingida a temperatura conveniente, requer um certo tempo para se realizar. A sua realização é progressiva, levando um certo espaço de tempo para se completar. Existe uma temperatura mínima, em redor de 580° C., abaixo da qual já não se pode verificar a transformação austenite-perlite.

Estes factos estão esquematizados na figura 6, na qual o segmento AB representa o tempo necessário para que a transformação se inicie e o segmento BC é proporcional ao tempo requerido para que a transformação se complete; BC está situado ao nível da isotérmica limite inferior de existência do fenómeno.

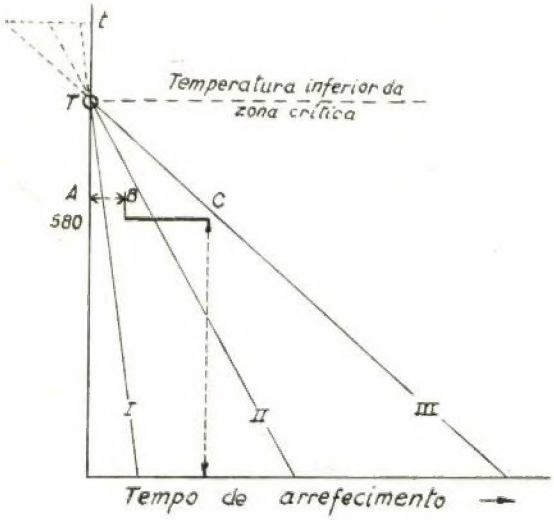


Fig. 6 — Influência da velocidade de arrefecimento sobre a têmpera

É evidente, pois, que arrefecendo com diferentes velocidades (rectas I, II e III) acontecerá que no primeiro caso não houve formação de qualquer quantidade de perlite, no segundo caso houve uma transformação parcial da austenite e no caso da diagonal III, toda a austenite deu lugar a perlite lamelar; este caso limite é já o do recozimento.

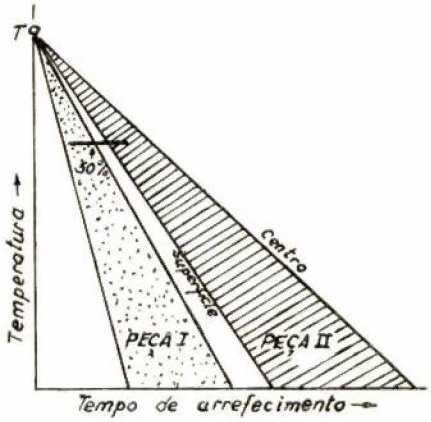


Fig. 7 — Influência da espessura da peça sobre a velocidade de arrefecimento na têmpera

Não há, portanto, fenómenos de têmpera para velocidades de arrefecimento situadas à direita do segmento BC. É fácil de verificar também o que se esquematiza na figura 7: para peças de espessura considerável, em que os gradiantes de arrefecimento na superfície e no centro são nítidamente diferentes, pode acontecer que a superfície endureça mais que a zona central, que a superfície sofra têmpera e o núcleo não.

*

Neste tratamento térmico interferem numerosos factores; referem-se, como mais importantes, o tamanho do grão cristalino, a presença de impurezas e a composição química do aço tratado.

Quanto ao tamanho dos grãos, sabe-se que a transformação de cada grão austenítico se inicia na superfície do mesmo e progride para o centro gradualmente; maior será o grão (figura 8) e maior será o intervalo de tempo necessário para que toda a austenite se transforme. O segmento BC, da figura 6, resultará tanto mais deslocado para a direita quanto maior for o grão cristalino; de peças com igual composição química, são temperáveis com menores velocidades de arrefecimento as que apresentam maior grão cristalino.

As impurezas actuam no sentido inverso; geralmente acumulam-se nas superfícies limites dos grãos e servem para escorvar a transformação da austenite e esta aceleração do fenómeno traduz-se por deslocar o segmento BC para a esquerda.

Os elementos de liga de emprego mais frequente (crómio, manganés, molibdénio, vanádio, tungsténio) tem como acção aumentar a extensão do segmento BC e de o deslocar para a direita, com efeitos evidentes.

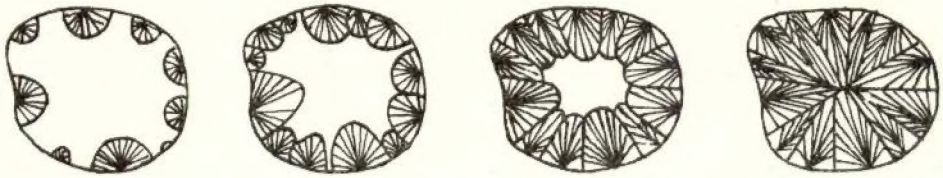


Fig. 8 — Influência do tamanho do grão na transformação austenítica

*

De uma maneira geral, diz-se *endurecido por têmpera* qualquer peça de aço em que pelo menos 50 % da austenite se tenha transformado em martensite durante o arrefecimento.

A percentagem de austenite transformada depende da posição do segmento crítico, como já se viu e pode-se definir uma profundidade de têmpera atendendo às diferentes velocidades de arrefecimento na superfície e nas camadas mais interiores da peça tratada,

Existem quadros de referência para os diferentes tipos de aço indicando as penetrações de têmpera e as durezas a diferentes distâncias da superfície conforme o meio de arrefecimento que se empregou; dá-se um exemplo na figura 9, para diversos aços correspondentes a especificações da Society of Automotive Engineers.

A natureza do banho empregado para executar o arrefecimento da peça tem grande importância, pois regula a velocidade de dissipação do calor. Arrefece-se em água, em soluções salinas de diversas composições, em óleos, em banhos de sais e de metais fundidos; refere-se em geral a velocidade de arrefecimento em meios diferentes tomando como padrão a dissipação de calor na água, que se considera unitária.

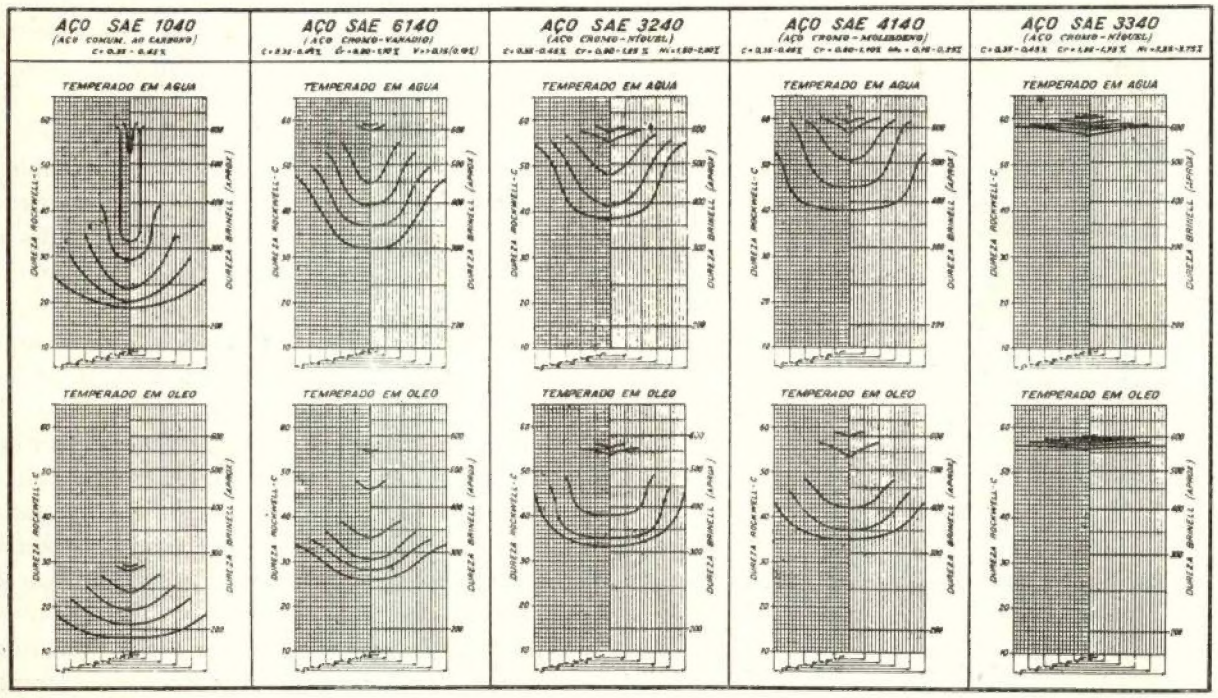


Fig. 9 — Variação do endurecimento de peças temperadas, a diferentes distâncias da superfície e com diferentes velocidades de arrefecimento

Há que considerar, além disso, as dimensões da peça e o volume do banho, porque este, à medida que recebe calor aumenta a sua temperatura, variando assim as condições iniciais de arrefecimento.

*

O que se passa durante este tratamento térmico pode também representar-se nos diagramas «T-T-T», de Bain e Dovenport, como se disse; tomando para eixos de referência as temperaturas e os tempos, obtêm-se as curvas cuja forma geral lembra um «S», representativas das condições de transformação.

Aquecem-se amostras até temperaturas mais elevadas que a temperatura crítica; arrefecem-se em banho fundido durante um certo tempo e ràpidamente até à temperatura ambiente. Verificam-se as transformações sofridas pelo aço por exame microscópico e por medidas de dureza.

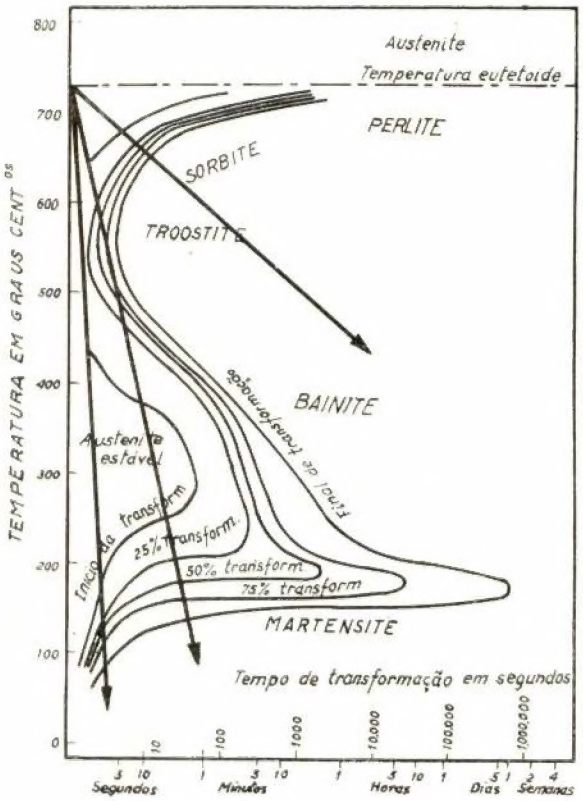


Fig. 10 — Curva em S para um aço carbono

Variando as condições de ensaio pode-se estabelecer diagramas de transformação para cada tipo de aço examinado. A figura 10 é exemplo de uma curva em S.

Estes diagramas T-T-T servem para determinar as condições de têmpera mais apropriadas para cada composição, podendo prever-se quais as estruturas e propriedades que resultarão de um certo ciclo de arrefecimento; para isso sobrepõe-se à curva em S a curva de arrefecimento, como se indica.

No caso *a*), representativo de um arrefecimento rápido em água, deverá esperar-se um grande endurecimento do aço; a transformação começa e acaba nas intersecções da curva de arrefecimento com as que indicam início e fim da transformação no pé da curva em S.

No caso de *b*) indica-se um arrefecimento ao ar, o qual deverá resultar numa mistura de estruturas porque se verifica uma transformação parcial no joelho da curva; a restante transformação só tem no lugar do pé da curva. Da primeira resultará perlite fina e, da segunda, martensite.

No caso *c*), com arrefecimento muito lento, em estufa, aparecerá uma estrutura perlítica.

Em algumas variantes deste tratamento térmico conduz-se o arrefecimento por imersão, numa primeira fase, num banho de sais fundidos o que dá lugar à transformação bainítica da austenite (banho entre 250 e 350° C.) ou arrefece-se até cerca de 200° C. permanecendo a peça imersa até que todos os seus pontos atinjam esta temperatura.

O primeiro método (austempering) dá lugar a uma estrutura bainítica e dispensa o revenido; no segundo caso (martempering) obtém-se estrutura martensítica mais uniforme, evitando-se perigos de fendas e gretas, tensões e fragilidade.

Na figura 11 indicam-se as diferenças estruturais obtidas num aço submetido a vários tratamentos de têmpera: têmpera normal e revenido, têmpera isotérmica e revenido, martempering com revenido e austempering. Como a figura indica, evita-se com qualquer um dos três últimos métodos as diferenças estruturais resultantes do aquecimento desigual da peça na superfície e nas camadas centrais; um dos maiores inconvenientes da têmpera normal resulta do facto da peça contrair por arrefecimento, ao mesmo tempo que a transformação da austenite é acompanhada por um aumento de volume.

A figura 12 esquematiza o tratamento térmico de têmpera, indicando as diferentes texturas que se obtêm por arrefecimento, variando a velocidade.

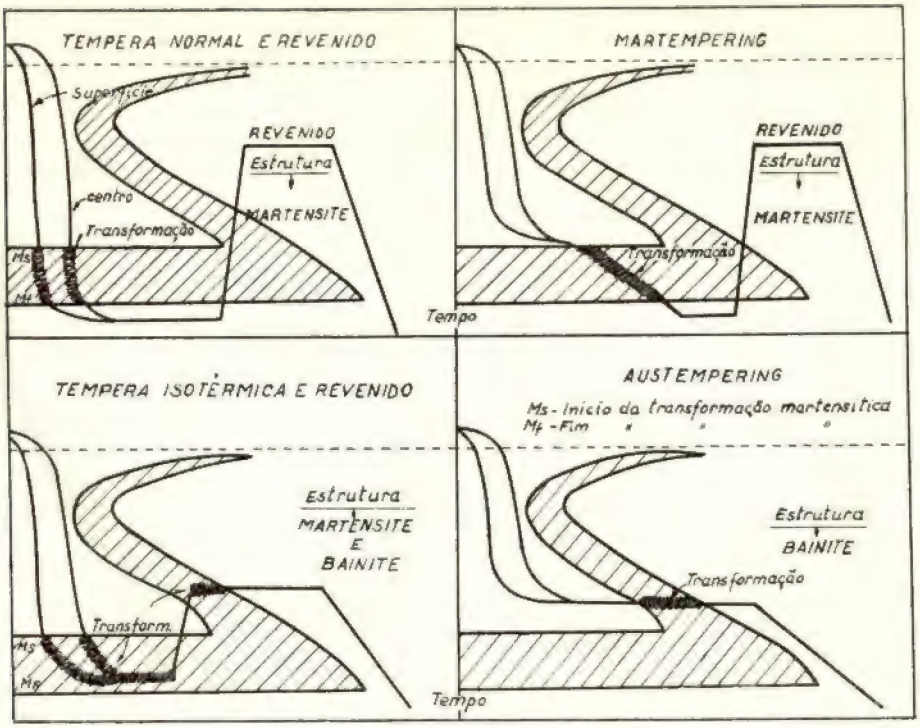


Fig. 11 — Diferentes tipos de têmpera

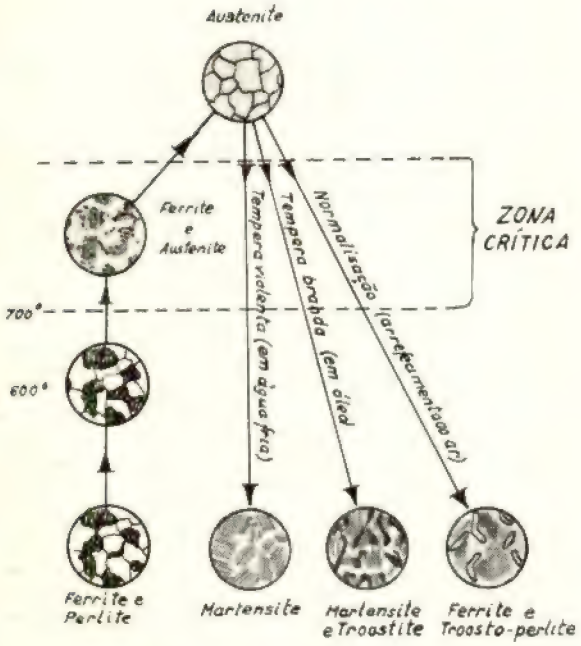


Fig. 12 — Mecanismo do tratamento térmico de têmpera

*

A têmpera, à qual se vem de fazer breve referência, se aumenta a dureza e resistência à tracção confere aos aços tratados certas características, a maior parte das vezes inconvenientes, diminuindo a resistência ao choque, o alongamento e a estrição e introduzindo tensões internas. Corrigem-se estes defeitos por revenido, operação de tratamento térmico que já se esquematizou na figura 1.

Um gráfico, reproduzido na figura 13 (*), dá uma ideia clara do comportamento de uma mola submetida a cargas crescentes, após diferentes ciclos de tratamento térmico.

A mola simplesmente recozida mostra pouco poder de recuperação (em C), a mola temperada, apresentando boa elasticidade, é frágil e sofre ruptura brusca para uma determinada carga (em D), ao passo que a mola temperada e revenida apresenta elasticidade superior, mesmo para maiores cargas.

O revenido conduz o aço a uma estrutura sorbítica constituída por pequenos grãos de cementite, sensìvelmente esféricos, finamente distribuídos na matriz ferrítica.

Aquecendo uma peça de aço em contacto com o ar, verifica-se uma oxidação superficial; a fina camada de óxido formada, cuja espessura depende da temperatura atingida, da composição química do aço e da atmosfera em que se faz o aquecimento, confere à peça colorações variadas por

(*) Do Instituto de Pesquisas Tecnológicas, publ. n.º 40.

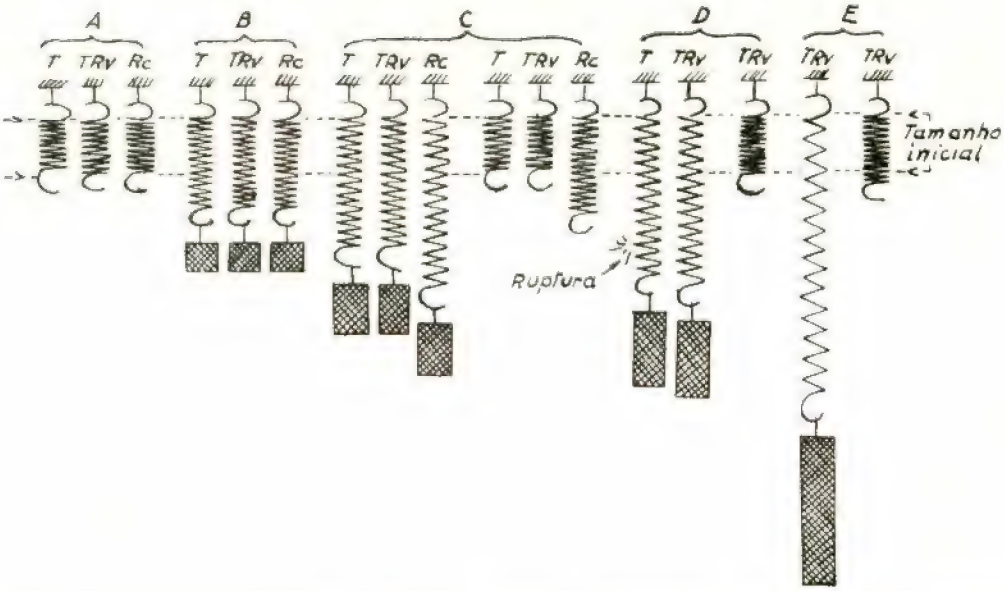


Fig. 13 — Comportamento de molas sujeitas a diferentes tratamentos térmicos sob cargas crescentes

decomposição da luz. São as «cores de revenido» que servem para controlar esta operação, indicando aproximadamente a temperatura que o aço atingir; o seu escalonamento é o seguinte:

amarelo claro	220° C.
amarelo dourado	240° C.
cinzento avermelhado	260° C.
roxo	280° C.
azul	300° C.
azul claro	320° C.

O quadro da figura 14 esquematiza as variações de estrutura verificadas durante o revenido, idênticamente ao que já se fez com a têmpera e o recozimento.

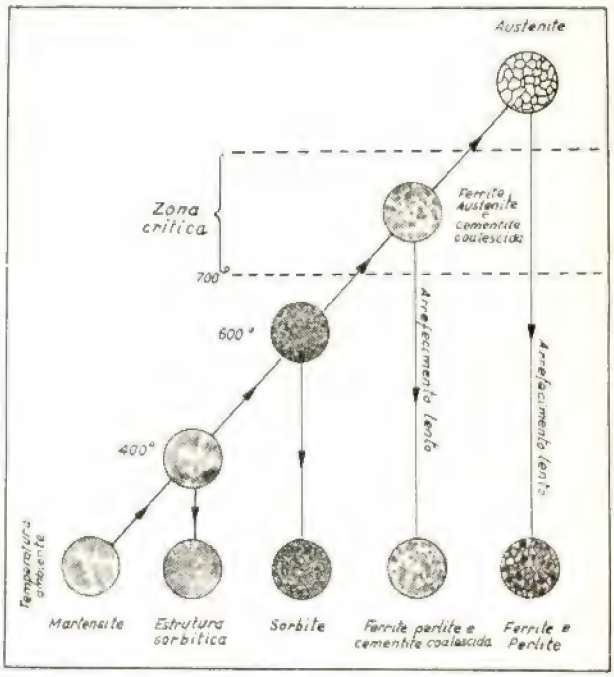


Fig. 14 — Mecanismo do tratamento térmico de recozimento

Referências bibliográficas

Atlas of isothermal transformations diagrams — U. S. S. Co.

Carnegie Illinois Steel Co — Suiting the heat treatment.

Clark, Donald S. — Physical metallurgy for engineers.

Colpaert, H. — metalografia dos produtos siderúrgicos.

Gregory, Edwin e Simons, Eric — The heat-treatment of steel.

Grossman, M. A. — Principles of heat treatment (A. S. M.).

Guzzoni, G. — Gli acciai comuni e speciali.

Heyer, Robert H. — Engineering physical metallurgy.

Keyser, Carl A. — Basic engineering metallurgy.

McMullan — Introduction to heat-treatment.

Morucci, R. — Trattamenti termici dei metali.

Tossi, M. — La tempra pratica.

Young, James F. — Materials and processes.

C. D. 622.24

UTILIZAÇÃO DA SONDA DE MINA NUM JAZIGO MINERAL

EXEMPLOS DE APLICAÇÃO RECENTES NAS MINAS DE ALJUSTREL

PELO ENG.º (U. P.) RUY FREIRE D'ANDRADE

Adjunto da Direcção e Chefe dos Serviços Topográficos e Geológicos das Minas de Aljustrel

Sumário

1. Generalidades
2. Minas de Aljustrel. Suas características
   a) Geologia e Tectónica
   b) Morfologia
   c) Exploração
3. Sondas de Mina. Suas características e fins
4. Utilização de sondas de mina nas Minas de Aljustrel
5. Conclusões

1. Generalidades

A exploração dum jazigo mineral cria um sem número de problemas para cuja solução se vão pouco a pouco idealizando e aperfeiçoando novos processos, novas técnicas e novas máquinas.

Um dos problemas mais importantes liga-se à própria existência da substância a explorar pois que, está bem de ver, é fundamentalmente necessário saber onde existe, e em que quantidade, para que o homem possa pensar na realidade da sua extracção para a superfície. Se para certos tipos de jazigo — jazigos sedimentares situados em regiões pouco afectadas por acidentes tectónicos — a resolução é relativamente fácil, outros há — jazigos sedimentares situados em regiões muito afectadas por acidentes tectónicos e jazigos de origem eruptiva duma maneira geral — em que é quase por acaso que se encontram as concentrações econòmicamente exploráveis.

Ora é um facto que, em Minas, e nas outras actividades humanas, o acaso é mau colaborador, sendo necessário, para que o rendimento de uma exploração seja o maior possível, procurar afastá-lo por todos os meios.

Foi dentro desta ordem de ideias que se vulgarizou o uso da pequena sonda de Mina, máquina que, requerendo mão de obra de especialização relativamente diminuta, permite atingir com rapidez, segurança e preço de custo comparativamente baixo, um determinado local dificilmente atingível pelos métodos usuais utilizados em Minas. A sonda pode ser utilizada da superfície ou do interior da mina; neste último caso pode servir para atingir locais situados acima, abaixo, ao mesmo nível, perto ou longe do ponto de partida, conforme a capacidade da máquina utilizada. A posição da sonda, a inclinação e direcção do furo e o comprimento que deverá ter, são determinados em função de um estudo geológico, tectónico e morfológico da região onde se vai realizar a sondagem.

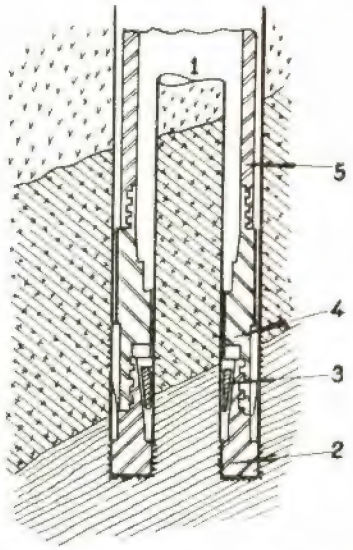
Verifica-se pois que, para o bom rendimento dum trabalho desta categoria, se torna necessário fazer um estudo tão completo quanto possível sobre o modo de jazida da substância a pesquisar, os movimentos tectónicos que afectaram a região e a natureza das rochas que a constituem. Tendo como base o maior número de dados deste género, é possível escolher o local para a sondagem, que ofereça maior probabilidade de êxito, a inclinação e direcção da mesma, sendo possível, até, prever com uma aproximação de alguns metros, a que comprimento de furo se deve encontrar a zona mineralizada.

Apesar de ser esta a sua aplicação mais importante, isto é, a descoberta e delimitação de zonas econòmicamente exploráveis, a sonda pode ser utilizada para um fim aparentemente oposto: a determinação da distância a que se encontra uma zona sem interesse, e, por vezes, perigosa para a exploração, como é o caso da verificação da espessura de rocha que separa os terrenos de cobertura aquíferos duma exploração que se faz no sentido ascendente. Serve ainda para a abertura de furos de piso para piso, para a passagem de canalização de água, ou de cabos eléctricos evitando circuitos complicados, e até, com diâmetros um pouco maiores que os usuais, para a ventilação de trabalhos; serve para injectar

cimento para consolidação das rochas em torno ou sob trabalhos importantes que é necessário conservar; enfim, serve para o que o engenho e a imaginação do homem descobrirem de útil para um furo de diâmetro reduzido aberto ràpidamente em rocha compacta com o comprimento de várias dezenas de metros.

Os diâmetros dos furos realizados com uma sonda variam conforme a capacidade da mesma, sendo o diâmetro inferior da ordem dos 36 mm.

Para a perfuração utilizam-se «coroas de diamantes» ou «de metal duro», conforme a consistência e dureza das mesmas. Estas coroas vão cortando as rochas de maneira que, à medida que avançam, vai entrando para dentro duma peça que se chama «tubo amostrador» um cilindro de rocha que se consegue extrair para a superfície, fornecendo, deste modo, uma amostragem dos terrenos atravessados (fig. 1). É a partir do estudo pormenorizado destes testemunhos que se podem tirar conclusões fundamentais para a melhor compreensão da geologia, da tectónica e da morfologia da região e da zona mineralizada a pesquisar.



1 – Amostra dos terrenos atravessados. 2 – Coroa de diamantes. 3 – Anel extractor. 4 – Mandril. 5 – Tubo amostrador simples.
Extraído e adoptado de *Diamond Drill Handbook* – J. D. Cumming

Fig. 1 — Secção da ponta perfuradora

2. Minas de Aljustrel

a) *Geologia e Tectónica*

As Minas de Aljustrel exploram dois jazigos de pirite de ferro cuprífera, distanciados de perto de 2 quilómetros um do outro. Os trabalhos de exploração destes dois jazigos e instalações superficiais anexas, constituem os conjuntos industriais denominados, vulgarmente, Mina de Algares e Mina de S. João do Deserto.

A Mina de Algares fica situada muito perto da Vila de Aljustrel, para S-SE. A Mina de S. João do Deserto, encontra-se a uns 1.200 metros NE da mesma vila (Fig. 2).

Os jazigos explorados por estas duas minas apresentam grandes afinidades morfológicas, tectónicas e geológicas. Com efeito, encontram-se associados às mesmas rochas encaixantes, apresentam a mesma natureza morfológica, têm composições químicas pràticamente iguais e encontram-se visìvelmente no prolongamento um do outro.

A Empresa exploradora, com o intuito de obter as bases necessárias para a elaboração de trabalhos de pesquisa em grande escala, resolveu iniciar o estudo geológico, tectónico e petrográfico, da região concessionada à referida Empresa e das circunvizinhas.

Como resultado da primeira fase desse estudo, puderam determinar-se fios condutores para orientação dos trabalhos de pesquisa.

Não demorarei numa descrição extensiva da geologia e da tectónica da região, mas apenas mencionarei que se verificou que as massas mineralizadas se encontram no contacto entre os xistos e grauvaques que fazem parte da grande mancha carbónica do Sul de Portugal e uma rocha eruptiva que designaremos por porfirite. O afloramento desta última rocha, tem uns 4,5 km de comprido por 900 m na sua maior largura.

Todas as rochas da região, com algumas excepções, estão fortemente xistificadas, sendo a direcção — D — e inclinação — I — da xistosidade, duma maneira geral:

D — 145° de azimute

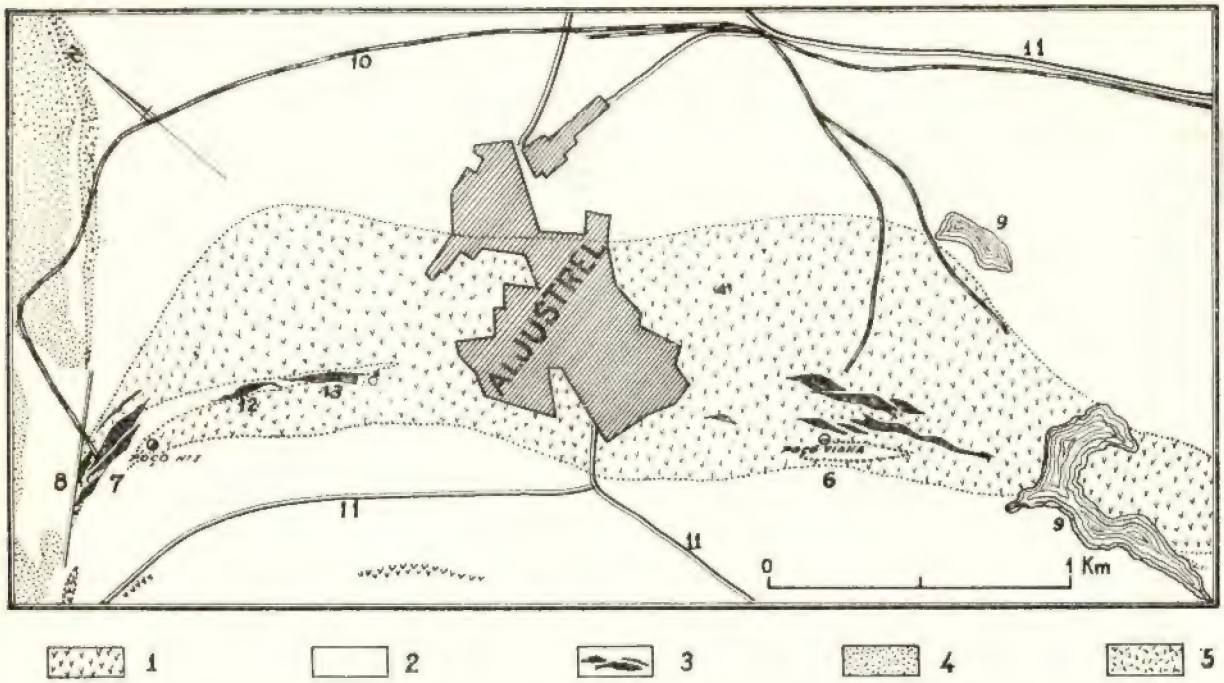
I — variável, mas vulgarmente de 50°-90° para NE.

No entanto, na zona de S. João do Deserto, devido a uma importante zona de fracturas ali existente — cuja direcção é aproximadamente a de 50° de azimute — a direcção da xistosidade das rochas e das próprias manchas, modifica-se gradualmente, passando de 145° a Este-Oeste, chegando até 70° muito próximo da zona de

fracturas. Por esta razão se afirmou que os jazigos de S. João do Deserto e de Algares estão no prolongamento um do outro, embora o primeiro tenha uma direcção de 93° de azimute e o último uma de 145°.

b) *Morfologia*

O jazigo de Algares é constituído por várias massas alongadas, de espessuras variadas — chegando a atingir 40 m, na horizontal — e irregu-



1 – Porfirite. 2 – Xisto e grauvaque. 3 – Lenticulas de pirite. 4 – Terrenos terciários. 5 – Dolerite. 6 – Mina de Algares. 7 – Mina de S. João do Deserto. 8 – Zona de fracturas. 9 – Represas de água. 10 – Caminho de ferro. 11 – Estradas. 12 – Lenticula do Cerro do Carrasco. 13 – Lenticulas do Moinho.

Nota: — Os limites correspondentes ao Terciário e ao filão de dolerite foram extraídos das minutas de campo dos Serviços Geológicos, elaboradas pelo Sr. Dr. Georges Zbyszewski.

Fig. 2 — Planta geológica esquemática da região de Aljustrel

Em linhas gerais, podemos dizer que, avançando de tecto para muro, encontraremos, em primeiro lugar, porfirite, em seguida mineral, e finalmente, xistos pretos. Esta sucessão é muito nítida em S. João do Deserto; em Algares é menos, visto haver um grau maior de alteração e silicificação, e de impregnação piritosa nos xistos.

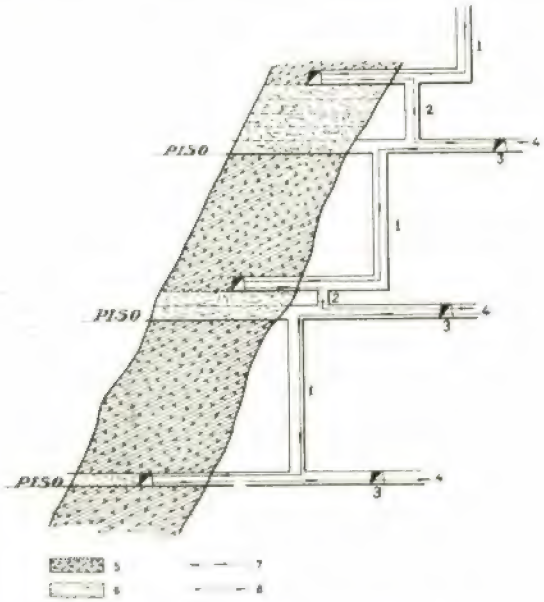
As falhas que cortam os jazigos em estudo são relativamente pouco importantes, excluindo a já referida acima — importantíssima, visto que afecta toda a região, dobrando-a fortemente. Em Algares, as falhas mais importantes são aproximadamente Norte-Sul, verticais, não tendo ocasionado, no entanto, rejeições de envergadura. Em S. João do Deserto, a influência da zona de fracturas mencionada é considerável, indicando bem as rochas e o próprio mineral, os esforços a que foram sujeitas.

lares tanto horizontalmente como em profundidade (Fig. 2). O comprimento total da mineralização conhecida é de 900 m. A rocha de muro é constituída, como foi já referido, por xistos pretos muito silicificados ou por grauvaques, ambas as rochas apresentando fortes acções de metamorfismo e estando, duma maneira geral, bastante impregnadas de pirite. Em seguida, se se for avançando para E-NE, encontra-se um primeiro conjunto de lentículas de pirite que se designa por «filão do Centro». Temos depois uma zona de porfirite de espessura variável da ordem dos 60-80 m, que mostra tendência a diminuir em profundidade. O grupo de lentículas de pirite designado por «filão Este» encontra-se em seguida. Em relação com este grupo aparece, entre as várias lentículas por que é constituído, uma rocha muito xistificada que parece ser xisto. A NE do «filão Este» existe

uma extensa zona de porfirite. Na Mina de S. João do Deserto, o aspecto é análogo. Se caminharmos de Sul para Norte, encontra-se em primeiro lugar porfirite, depois uma faixa de xisto preto de largura horizontal da ordem das 3 dezenas de metros. Em seguida apresenta-se a zona mineralizada designada por «Massa». A rocha entre as várias lentículas que a constituem, não está bem determinada em virtude do seu grau de alteração ser elevado. Temos depois uma rocha muito xistificada, que parece ser porfirite, com uma largura de poucas dezenas de metros, e com tendência para diminuir em profundidade, aparecendo então uma outra lentícula designada por «filão Norte». Por fim temos de novo a porfirite. A mineralização estende-se num comprimento da ordem dos 350 m tendo larguras variáveis, chegando a apresentar 50 m.

c) *Exploração*

A exploração nas Minas de Aljustrel é feita pelo método dos «Cortes horizontais ascendentes» (fig. 3). Sem fazer a descrição pormenorizada, este método consiste em retirar fatias horizontais do jazigo e preencher os espaços vazios com estéril. De 25 em 25 metros, a partir dos poços de extracção, abrem-se travessas que vão cortar o mineral. Definem-se deste modo os diversos pisos por onde se fará a circulação do mineral desmontado desde as zonas mineralizadas até ao poço de extracção. Paralelamente ao eixo maior das lentículas, abrem-se galerias a muro — galerias de rolagem — por onde circula o mineral desmontado nos vários locais donde se extrai. Destas galerias perfuram-se travessas cuja localização é determinada por uma divisão tradicional dos jazigos em pilares, verticais e paralelos, perpendiculares à direcção do eixo maior das lentículas, coincidindo as travessas com os limites entre pilares contíguos. Na Mina de Algares, dada a grande distância a que se encontram as lentículas uma da outra, abrem-se duas destas galerias, cada uma a muro de sua lentícula; em S. João do Deserto, visto as duas lentículas estarem mais perto uma da outra, utiliza-se apenas uma galeria de rolagem a muro de jazigo.



1 Poços de entulho. 2 — Toldas de mineral. 3 Galerias a muro. 4 — Cruzeiros para o Poço de Extracção. 5 — Mineral. 6 — Entulhos. 7 — Caminho seguido pelos entulhos. 8 — Caminho seguido pelo mineral desmontado.

Fig. 3 — Método dos cortes horizontais ascendentes — Perfil transversal esquemático

Feitas estas considerações, que julgo necessárias para que o leitor se possa «sentir» dentro das Minas de Aljustrel, para que, com maior facilidade entenda os problemas relacionados com estas minas, passo a descrever as características mais interessantes das sondas de Mina.

3. Sondas de Mina

Suas características e fins

As sondas em questão, são aparelhos constituídos tanto mais simplesmente quanto menor for a capacidade para que são projectadas; quer isto dizer que, uma sonda que a casa vendedora indica como atingindo uma profundidade de 100 m, não é fundamentalmente uma máquina muito mais complicada que um martelo pneumático de coluna com avanço automático.

Essencialmente, podemos dividir as partes constituintes duma sonda em

a) Sistema de accionamento
b) Sistema de avançamento
c) Material de furação
d) Material de pesca
e) Bomba e acessórios.

a) *Sistema de accionamento*

As sondas podem ser accionadas por motores a ar comprimido, eléctricos, a gasolina e a óleos pesados. Para uso no interior da mina é-se for-

çado a utilizar os dois primeiros tipos de accionamento, visto que, de toda a maneira, as fontes de energia já se encontram no interior e que os gases de escape dos motores térmicos tornariam a breve prazo irrespirável o ar ambiente no local do trabalho, envenenando além disto, a mina inteira, por serem transportados na corrente de ventilação. No entanto, à superfície, para trabalhos de pesquisa em lugares distanciados dos centros abastecidos com energia eléctrica, os últimos dois meios de accionamento são os indicados. Muitas sondas vêm montadas de modo a ser fácil fazer o seu accionamento por qualquer dos processos.

Procura fazer-se a transmissão directa do motor de accionamento ao veio central da sonda, principalmente nas pequenas sondas, com o fim de colocar a potência total do motor na coroa, eliminando as vibrações e escorregamentos que ocorrem por vezes nas transmissões por correias ou correntes.

b) *Sistema de avançamento*

Podem ser mecânicos ou hidráulicos. Os primeiros são utilizados principalmente nas pequenas sondas que são as que, de momento, nos interessam. O movimento, vindo do pinhão de alimentação, vai actuar um grupo de engrenagens diferenciais, o que provoca a rotação da árvore central e ao mesmo tempo o seu avanço longitudinal, visto ter duas ranhuras longitudinais que permitem este último movimento. Geralmente, as sondas estão equipadas com uma caixa de velocidades, permitindo-nos assim variar a velocidade de rotação da árvore central.

A pressão sobre a coroa de diamantes é regulada ou por uma mola, ou hidràulicamente. Este último processo é mais completo, visto permitir realisar um equilíbrio em relação ao peso do material de perfuração.

Certas sondas possuem uma embraiagem, cujo fim é desligar automàticamente do motor o material de perfuração, quando a rocha é de tal modo dura, que não permite que a coroa a perfure com a velocidade correspondente à do avanço da árvore central.

Estes dispositivos estão montados na «cabeça da sonda», que está colocada de maneira a poder ser afastada da sua posição, durante as operações de levantar e de baixar o material de perfuração.

c) *Material de perfuração e acessórios*

Incluo nesta secção, todo o material que vai dentro do furo.

O material de perfuração pròpriamente dito, é constituído pelas coroas de diamantes e de metal duro, e por toda uma série de peças para conseguir perfuração nas mais variadas condições de terrenos. Para manter o furo com uma secção determinada, utiliza-se uma peça para mandrilar, que os anglo-saxões designam por «Reamer» (fig. 1).

Imediatamente a seguir ao mandril, adapta-se o tubo amostrador que é a peça que vai conter e trazer até à superfície, os cilindros de rocha que, à medida que a coroa vai avançando, entram para dentro dele. Estas peças têm muita importância, visto que, da fácil entrada da amostra vai depender um avanço rápido e sem dificuldades. Nos tipos mais simples, a água que vem da superfície pelo interior das hastes, segue também pelo tubo amostrador, banhando as amostras nele contidas; nos mais complicados, existe um tubo interior apoiado num rolamento de esferas e a água passa entre as paredes deste tubo e as exteriores, não envolvendo a amostra. Nestes últimos tubos amostradores, a amostra tem maiores probabilidades de se conservar intacta visto não poder ser desagregada nem pela corrente de água, nem pela rotação das paredes do tubo amostrador. Isto é de grande interesse, visto que a desagregação da amostra significa trabalho extra para as coroas, e uma amostragem mais reduzida, portanto uma interpretação mais deficiente da sondagem.

As hastes são ôcas, de diâmetro um pouco inferior ao mais pequeno utilizado (33,5 mm). Têm 1,5 ou 3 m de comprido, conforme são para trabalhar dentro ou fora da mina.

Na parte superior das hastes temos a «cabeça de injecção», que permite a passagem da água da tubaria de saída da bomba para as hastes accionadas com movimento de rotação.

Deve incluir-se aqui, não pròpriamente como material de perfuração, mas para que esta seja executada nas melhores condições, os tubos de revestimento do furo, entubamento. Estes tubos são sumamente importantes para a boa execução da sondagem, visto que protegem do aluimento das paredes o material que trabalha no fundo, ajudando, também, a manter a direcção do furo.

Existe entubamento de diâmetros correspondentes aos de furação, e uma vez que se faz o entubamento dum furo, torna-se necessário reduzir o diâmetro de perfuração.

d) *Material de pesca*

Não sendo directamente ligado à perfuração, é no entanto muitíssimo importante, pois que são poucas as sondagens que não requeiram a recuperação de material que, por qualquer avaria, tenha ficado no fundo do furo. Há uma série de ferramentas para «pescar» o material que caiu para o fundo, ou que está preso devido ao aluimento das paredes do furo. Consegue-se desenroscar todo o material de perfuração e o entubamento, alargar o furo, cortar e destruir as partes que não foi possível retirar.

É material muito importante, visto permitir a recuperação de material, geralmente caro, e a continuação da sondagem, que doutra forma teria que se abandonar, o que acarreta uma perda considerável, quer devido aos metros perfurados inùtilmente, quer devido à informação geológica de que nos vemos privados.

e) *Bomba e restantes acessórios*

A bomba provoca a circulação de água através das hastes de furação até ao fundo do furo, e o arrastamento dos produtos resultantes do corte da rocha pela coroa, até à superfície.

A existência deste circuito é fundamental, pelo que é conveniente ter a bomba accionada por motor independente do que faz mover a sonda, para ter garantido o circuito da água mesmo quando, por qualquer avaria, parar o motor que acciona a sonda. Quando se interrompe bruscamente a circulação da água, todos os detritos que estavam a ser transportados para o exterior pela corrente ascendente, caem para o fundo, e é natural que prendam o material de perfuração. A quantidade de água que circula tem grande importância, também, no desgaste das coroas.

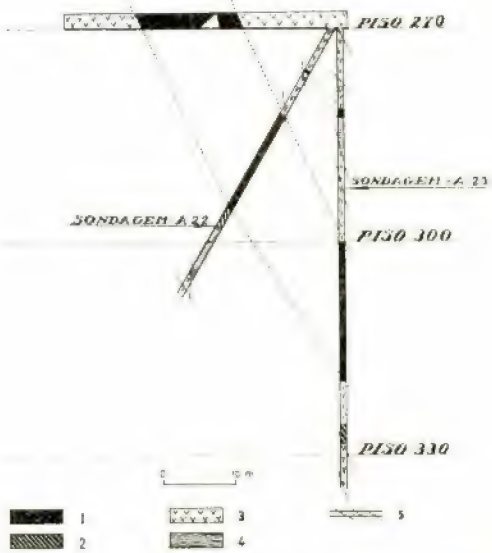
Um acessório importante é o sistema de elevação das hastes. Elas pesam demais para serem retiradas a pulso, pelo que se equipa a sonda com um guincho, ou, quando o meio de transmissão da energia é o ar comprimido, com um êmbolo provido duma garra, que as puxa para cima. Quando a sonda trabalha à superfície, monta-se sobre ela um cavalete metálico, que serve de suporte a uma roldana, por onde passa o cabo que, accionado pelo guincho, iça as hastes para o exterior.

4. Utilização de sondas de mina nas «Minas de Aljustrel»

A direcção das Minas de Aljustrel, reconhecendo a utilidade do emprego de máquinas deste género na sua concessão, adquiriu uma sonda «Conrad Prospecteur, n.º 2», que permite atingir 100 m de comprimento de furo, uma «Craelius XB-2», com capacidade para 200 m de furação, e outra sonda «Craelius XC», com capacidade de 125 m.

A primeira e a última são essencialmente para utilizar no interior da mina, e a segunda no exterior.

Com este material e com pessoal «da casa» fizeram-se, entre o dia 1 de Março de 1953 a 1 de Maio de 1954, 41 sondagens, perfazendo um total de 2.700 m, sendo a sua execução hàbilmente dirigida pelo Ex.mo Sr. Barbosa dos Santos, Agente Técnico de Engenharia.



1 — Pirite. 2 — Forte impregnação piritosa. 3 — Porfirite. 4 — Xisto. 5 — Inclinação da xistosidade.

Fig. 4 — Sondagens A-22 e A-23

De entre estas sondagens, salientarei algumas que mostram claramente os diferentes aspectos da utilidade do emprego das sondas.

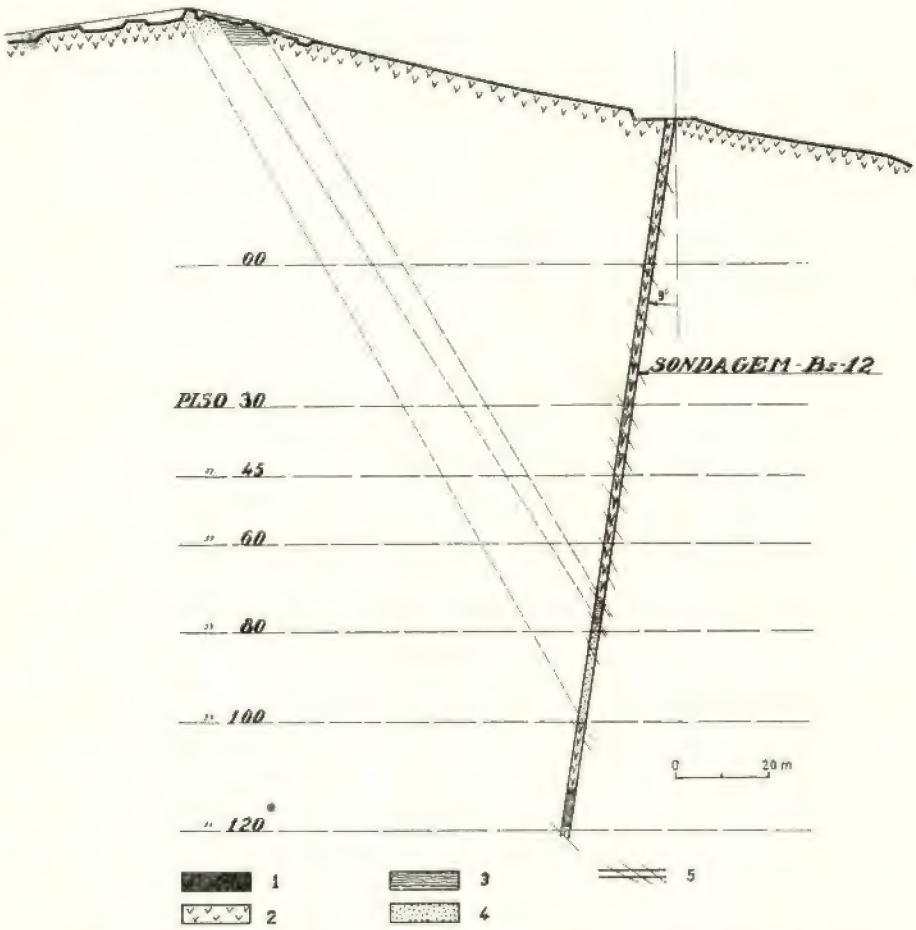
Sondagens no interior da Mina de Algares para reconhecimento do filão Este, em profundidade

Sondagens A-22 e A-23

Foram iniciadas 14 m a tecto da referida lentícula, no prolongamento do cruzeiro existente no limite de pilares 19/20, no piso 270 da mina, último que se encontra em reconhecimento (fig. 4).

Iniciou-se a montagem da sonda para a sondagem A-22, cuja direcção de avanço fazia 30° com a vertical, no dia 17 de Março do ano corrente e, 8 dias depois, a sondagem estava terminada, tendo reconhecido um total de 18,03 m de pirite próximo do piso 300, num furo cujo comprimento foi de 43,33 m. Em seguida, com a máquina na mesma posição, apenas mudando a inclinação para a vertical, iniciou-se a sondagem A-23. Esta, que começou no dia 26 de Março, estava terminada, tendo perfurado 65,01 m, 13 dias depois; cortou 20,79 m de boa pirite próximo do piso 330.

Sondagens deste tipo são particularmente fáceis, visto já se conhecer bem, dentro de certos limites, as rochas que vão atravessar e qual o tipo de rocha que indica o fim da zona mineralizada. Com efeito, partindo da porfirite, atinge-se a pirite depois de atravessar uma zona bastante alterada. Em seguida, logo que se atravessou a pirite, a sondagem deve ser considerada terminada quando penetra, de novo, dois ou três metros em porfirite. Perto do mineral, costuma encontrar-se xisto.



1 — Pirite. 2 — Porfirite. 3 — Xisto. 4 — Rocha muito rica em sílica. 5 — Inclinação da xistosidade.

Nota: — Os pisos indicados são os da Mina de S. João do Deserto.

Fig. 5 — Sondagem Bs-12

Quer dizer que, com 21 dias de perfuração, com dois relevos diários e 3 homens por relevo, conseguiu-se, por meio de interpolação racional

e extrapolação nada aventurosa, conhecer a posição muito aproximada do filão Este, nos pisos 300 e 330 e no limite de pilares 19/20, e evidenciar a existência de mais de 150.000 T de mineral, numa zona onde o reconhecimento por trabalhos de mina tradicionais, teria levado bastante tempo a realizar.

Este trabalho é evidente que não era possível realizar-se doutro modo.

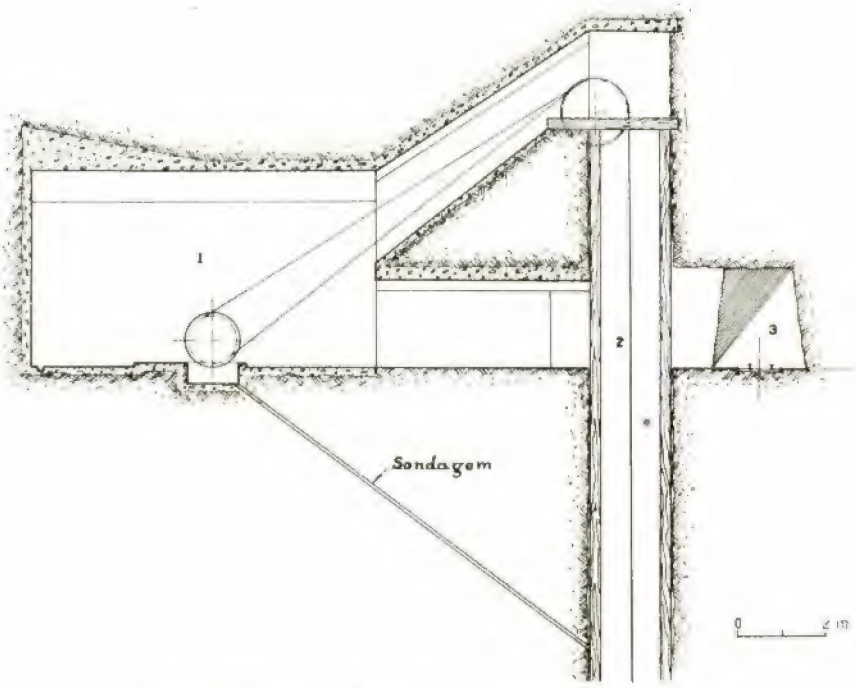
Estas sondagens, são típicas sondagens de reconhecimento, permitindo uma orientação mais racional dos trabalhos preparatórios dos pisos 300 e 330.

Sondagem de pesquisa realizada da superfície com a sonda XB-2 na zona que medeia entre as duas minas

Sondagem Bs-12

Foi feita no prolongamento duma lentícula de pirite descoberta como consequência dos trabalhos de geofísica, realizados pelo Serviço do Fomento Mineiro (fig. 5).

do Deserto (fig. 2), encontrando-se associada aos xistos e à porfirite da mesma maneira; no prosseguimento da campanha de sondagens, executaram-se duas que não chegaram a cortar mineral, determinando o limite Este daquela lentícula. Mesmo assim, como as condições geológicas se mantivessem as mesmas, foi resolvido executar mais uma sondagem — Bs-12 —, 100 m mais para Este das duas mencionadas. Teve um comprimento total de 157 m e cortou 8 m de pirite compacta, depois de ter atravessado 105 m de porfirite, 5,5 m de xistos, 21,5 m duma rocha muito rica em sílica, com algumas impregnações de pirite, e finalmente 14 m de porfirite. A pirite já se não encontra imediatamente a tecto do xisto, como no caso da mina de S. João e da lentícula do Cerro do Carrasco, mas está agora associada a esta sucessão de rochas, que aliás se encontrou em mais duas sondagens executadas em seguida, em perfis diferentes, que evidenciaram, num comprimento já de 300 m, uma lentícula com 8-9 m de largura horizontal.



1 — Sala das Máquinas. 2 — Poço auxiliar. 3 — Cruzeiro para o Poço da Extracção.

Fig. 6 — Sondagem de esgoto

Esta lentícula — do Cerro do Carrasco — foi reconhecida por sondagens e por trabalhos mineiros, num comprimento de 205 m. É o prolongamento para Este, da mineralização de S. João

Sondagem para resolução prática e elegante dum problema de esgoto

Na Mina de Algares, com o intuito de permitir uma maior independência entre os trabalhos

preparatórios (abertura de galerias a muro e de cruzeiros em estéril) e os trabalhos de reconhecimento e exploração, resolveu-se abrir e equipar com uma máquina de extracção potente, um poço interior que do piso 195 atinge o 330.

Foi na sala da máquina de extracção desse poço (fig. 6), que se fez uma sondagem de 10 m para conseguir o escoamento das águas e óleos que se acumulassem na cavidade existente no maciço de fundação da referida máquina, ligando essa cavidade com o poço.

Temos aqui uma solução prática, de rápida execução e elegante.

5. Conclusões

As conclusões saltam à vista. Com efeito, relatam-se neste artigo factos da maior importância para a Empresa, *que não seriam possíveis sem a utilização da sonda de Mina.*

Sob o ponto de vista de pesquisa e reconhecimento, a sua necessidade é tão evidente, que não se torna necessário insistir no assunto. Não quer o autor deixar, no entanto, de frizar que, a utilização com este fim, de sondas de Mina nos jazigos de Portugal, é muito importante, visto que são raros os jazigos regulares.

Sob o ponto de vista de exploração, uma campanha de sondagens executadas no piso inferior atingido por trabalhos mineiros clássicos, com o intuito de reconhecer o prolongamento em profundidade da substância útil, permite uma maior segurança nas imobilizações a fazer para a continuação do reconhecimento e evita surpresas desagradáveis, visto já se ter uma ideia muito completa da posição do minério a desmontar.

Além destas vantagens, os inúmeros problemas que podem ser resolvidos pelo emprego da sonda numa empresa mineira, creio bem justificarem a sua utilização constante, com bons resultados, rapidez e economia.

O caso descrito da sondagem de pesquisa Bs-12, representa bem o triunfo da aplicação da sonda de Mina; com efeito, em poucos meses, evidenciou-se e reconheceu-se uma lentícula situada num local onde seria problemática a sua descoberta e bastante difícil e lento o seu reconhecimento por poços e galerias. No exemplo apresentado temos evidenciada e parcialmente reconhecida, com a execução de algumas sondagens, uma tonelagem de mais de 1.500.000 T de óptima pirite, facto esse de capital importância para a Economia Nacional.

C. D. 621.311.5/91

Elementos sobre a produção e o consumo de energia na rede eléctrica nacional

— Elementos extraídos das estatísticas mensais do Repartidor Nacional de Cargas (R. N. C.) preparadas nos Serviços do R. N. C. a cargo da Companhia Nacional de Electricidade —

NOTA: *A produção e o consumo da rede das empresas do R. N. C. representam actualmente cerca de 90 % dos respectivos totais do País.*

MAIO

I — Elementos gerais

a) Mensais (mês de Maio) — 10^6 kWh

	1953	1954	Variação %
Produção hidráulica (P_h)	62,9	123,5 (2)	+ 96
Produção térmica (P_t) . .	39,2	4,9 (3)	— 88
Produção total (P_T) . . .	102,1	128,4	+ 26
Cons. electroquímico (C_{eq})	12,8	30,1	+ 135
Outros consumos ($C_T - C_{eq}$)	75,4	81,2	+ 8
Consumo total (C_T) (1) . .	88,2	111,3	+ 26

b) Acumulados (desde o início do ano, isto é, de 1 de Janeiro a 31 de Maio) — 10^6 kWh

	1953	1954	Variação %
Produção hidráulica (P_h)	467,4	637,7 (4)	+ 36
Produção térmica (P_t) . .	88,3	19,6 (5)	— 78
Produção total (P_T) . . .	555,7	657,3	+ 18
Cons. electroquímico (C_{eq})	93,9	136,9	+ 46
Outros consumos ($C_T - C_{eq}$)	391,4	429,1	+ 10
Consumo total (C_T) (1) . .	485,3	566,0	+ 17

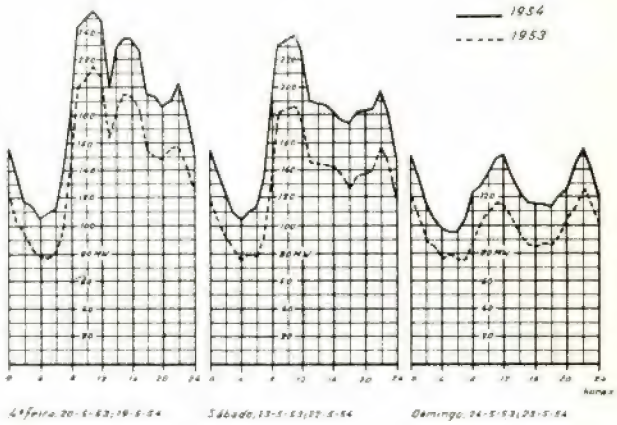
Notas:

(1) No consumo total (C_T) estão incluídas as perdas nas redes de transporte e distribuição.

(2) 96 % P_T. (3) 4 % P_T. (4) 97 % P_T. (5) 3 % P_T

II — Diagramas de carga da produção

	4.ª feira: 20-5-953	4.ª feira: 19-5-954
Produção hidráulica (P_h) — MWh	2 269	4.326
Produção térmica (P_t) — MWh . .	1.283	157
Produção total (P_T) — MWh . . .	3.552	4.483
Utilização da ponta (U) — horas	16,2	17,3
Factor de carga (α)	0,67	0,72
Relação $\frac{\text{Pot. mín.}}{\text{Pot. máx.}}$ (r)	0,34	0,41



III — Energia armazenada nas principais albufeiras no fim do mês de Maio de 1954

Albufeira	Energia armazenada 10^6 kWh	Energia armazenada % (1)
Venda Nova	94,9	88,9
Salamonde	9,4	68,8
Guilhofrei	5,8	71,0
Lagoa Comprida	29,2	99,0
Santa Luzia	33,9	100,0
Castelo do Bode	148,4	90,4
Pracana	8,9	86,4
Póvoa	9,6	82,9
Total	506,2	76,1

Nota:

(1) Coeficiente de enchimento em energia das albufeiras.

C. D. 621.86 : 656.9

TRANSPORTES FORA DAS ESTRADAS

PELO ENG.º CIVIL (I. S. T.) FERNANDO FERREIRA CHAVES
Assist. do I. S. T.

Não podem ser chamados velhos os engenheiros que ainda aprenderam na escola a considerar como meios de transporte de terras o carro de mão, o carro de bois, o carro de parelha, a vagoneta e o camião de estrada. Ainda hoje se vendem tabelas com fórmulas mais ou menos apropriadas para estimar o custo dos transportes por estes meios e ainda se executam trabalhos de remoção de terras que, pela sua pequena importância e não muito grande urgência, são compatíveis, se não com todos, pelo menos com alguns daqueles meios de transporte.

Não vamos ocupar-nos deste tipo de transportadores, não só porque pouco ou nada se pode dizer sobre eles, como porque são impossíveis de considerar na execução das grandes obras de terraplenagem.

O progresso do automóvel e do avião, a necessidade sempre crescente de energia eléctrica e de extracção de grandes tonelagens de matérias-primas mineiras trouxeram para um plano de vulgaridade as remoções de terras que têm como unidade, não o milhar, mas o milhão de metros cúbicos. Os prazos de execução destas obras não só se mantiveram mas foram ainda reduzidos.

A criação destas grandes unidades de trabalho só foi possível graças ao progresso da escavadora e à criação dum novo tipo de equipamento de transporte chamado «de fora das estradas», traduzindo à letra o seu nome americano de «off-highway equipment».

Pondo de parte neste artigo o que diz respeito às escavadoras, por constituir só por si matéria para vários artigos especiais, vamos ocupar-nos aqui dos equipamentos para fora das estradas e destes principiaremos pelo «camião para fora das estradas», por ser o que actualmente está merecendo maior discussão mundial, deixando para ulteriores artigos o que respeita aos semi-reboques de descarga pelo fundo e às escavo-transportadoras.

A designação de «fora das estradas» não quere dizer que estes camiões se destinem exclusivamente a rodar fora das estradas ou que não necessitem de uma estrada para se deslocarem. Esta designação significa que estas unidades não têm características que lhes permitam a circulação nas estradas nacionais. Por exemplo, um camião deste tipo, muito usual em Portugal, apresenta uma carga de 20 toneladas no eixo trazeiro, quando carregado, o que corresponde a 1,7 vezes o máximo legal e apresenta uma largura de 2,67 metros, superior em 0,32 ao máximo legal.

O camião para fora das estradas não pode ser considerado como um camião vulgar, mas sim como uma máquina de remoção de terras, tão indispensável aos grandes movimentos de terras como as escavadoras ou outras máquinas afins.

O camião para fora das estradas é, portanto, totalmente diferente do camião para serviço nas estradas. É ainda diferente consideraràvelmente, e isto é importante salientar aqui, do camião para serviço nas estradas adaptado, pelos seus fabricantes a fim de abrangerem um novo campo, ao serviço de fora das estradas. Há diferenças básicas na concepção do chassis, nos eixos, nas molas, nas caixas e elevadores hidráulicos, no trem de transmissão e na direcção.

Nos camiões para fora das estradas existe uma elevada relação entre a tara do veículo e a carga útil total. Por cada quilo de carga útil transportada corresponde cerca de um quilo de chassis e caixa. No camião adaptado esta relação anda por 1 : 0,8, isto é, a um quilo de carga útil correspondem 0,8 quilos de chassis e caixa.

Este aumento de peso do camião para fora das estradas reside nos membros que suportam as cargas, tais como o chassis, eixos, caixa e elevadores e no trem de transmissão, como sejam a caixa de velocidades, o diferencial e as reduções do eixo motor.

O trem motor do camião para fora das estradas consta, nas suas partes vitais, do motor, caixa de velocidades, diferencial e reduções nas rodas. Estas podem ser por engrenagens planetárias ou por meio de correntes. Os três fabricantes que, mundialmente, conduzem a concepção dos camiões para fora das estradas, usam os sistemas planetários redutores nos cubos das rodas

motores. Este trem de transmissão permite a multiplicação do binário motor até aos valores necessários ao serviço de fora das estradas.

O sistema planetário redutor permite aumentar as relações totais de redução dos eixos motores de 12:1 até 20:1, que são necessárias ao serviço de fora das estradas. Relações superiores a 12:1 não são possíveis nos camiões para estrada devido à deminuição da folga entre o solo e o eixo motor que estas relações implicariam quando usadas com as rodas usuais para a estrada. O camião de estrada adaptado ao serviço de fora das estradas, usando o mesmo eixo motor, necessita de uma outra redução a fim de criar a necessária ampliação do binário motor de modo a fazer face à sua nova função. Intercala então uma nova redução, situada algures entre o diferencial e a caixa de velocidades, chamada transmissão auxiliar.

A redução planetária apresenta ainda uma outra grande vantagem, pois coloca a redução final na roda o que reduz o binário da carga nos elementos do trem de transmissão que a precedem. Na Fig. 2 damos um exemplo comparativo entre os esquemas dos trens motores de um camião adaptado ao serviço de fora das estradas e dum camião de fora das estradas. Enquanto que no primeiro o binário de carga de 9.850 mkg se propaga desde a roda até à redução do diferencial, no segundo o binário de carga de 8.320 mkg fica reduzido a 1.605 logo à saída da roda, com o consequente alívio de todo o eixo motor, isto é, ficou reduzido a cerca de 1/5 do valor na roda.

Um outro ponto muito importante a focar é o chassis e a respectiva colocação nele dos elevadores hidráulicos. O chassis do camião para fora das estradas é constituído por duas vigas «I» rectas e inteiras desde o pára-choques ao elemento transversal trazeiro, no qual o pára-choques, suportes do motor, suporte dos elevadores hidráulicos e elemento transversal trazeiro são partes integrantes como elementos planificadores soldados eléctricamente. O sistema hidráulico faz parte do chassis, isto é, este foi especialmente concebido para suportar um sistema hidráulico e o suporte deste está devidamente localisado na parte mais conveniente para distribuição do esforço da caixa carregada quando em elevação. No camião adaptado ao serviço fora das estradas o chassis, regra geral de chapa moldada, é completamente estranho ao sistema hidráulico e caixa basculante. Estes estão montados sobre um quadro especial que assenta sobre as longarinas dos chassis e lhe é ligado por meio de braçadeiras ou parafusos. Este sistema pode tender a provocar empenos no chassis quando descarregando em chão não nivelado, com a criação de esforços secundários nos elevadores hidráulicos o que, fatalmente, virá a originar as avarias no sistema hidráulico de elevação.

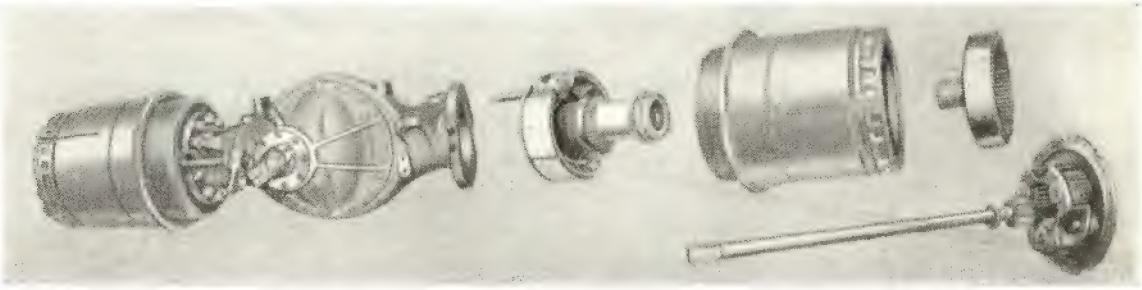
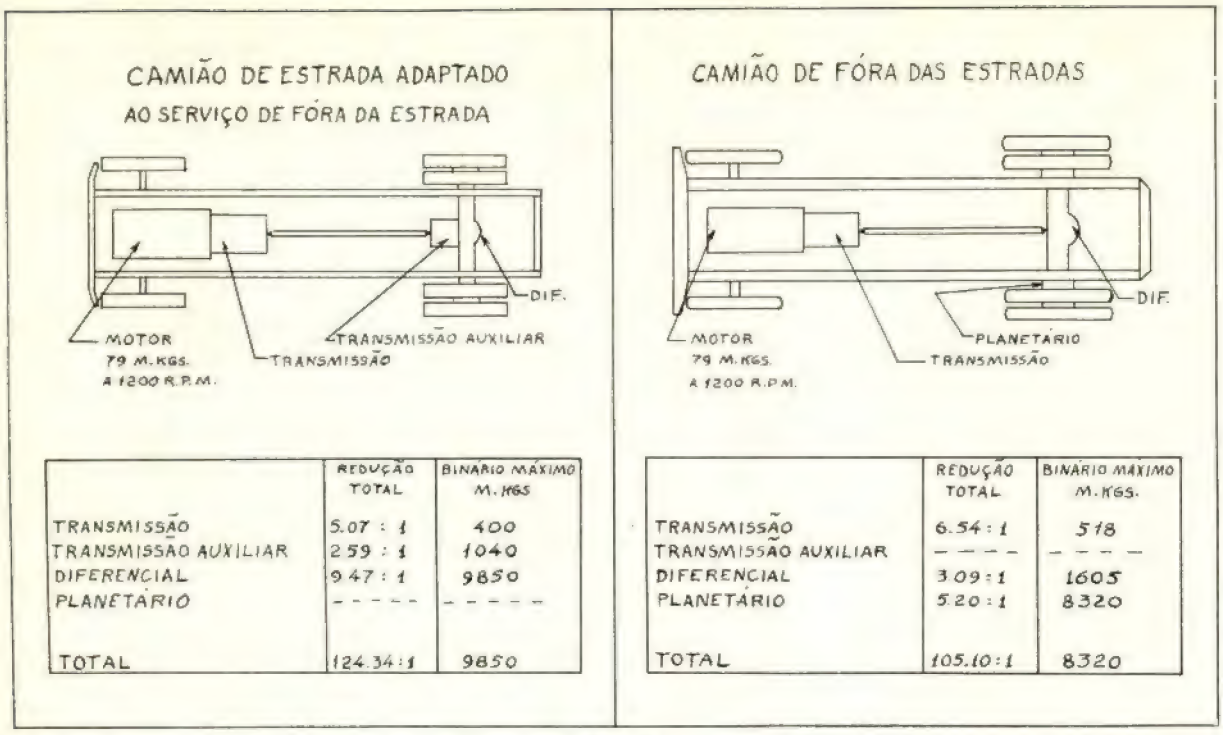


Fig. 1 — Eixo motor Euclid

Os motores Diesel de elevado número de rotações por minuto e de elevado rendimento, vieram trazer grande progresso às unidades para fora das estradas. De um modo geral a correspondência entre o peso e a potência do motor anda entre 130 e 160 quilos por CV.

As transmissões automáticas ou semi-automáticas e a introdução dos conversores de binário motor, estão a tornar-se bastante vulgares nestas grandes unidades de transporte. Elas reduzem o erro dos condutores nas mudanças de velocidade, promovendo um aumento de rendimento horário sobre inclinações diferentes e diferentes características de pavimento.

Uma grande unidade que se está vulgarizando muito nas grandes construções e explorações



	REDUÇÃO TOTAL	BINÁRIO MÁXIMO M.KGS
TRANSMISSÃO	5.07 : 1	400
TRANSMISSÃO AUXILIAR	2.59 : 1	1040
DIFERENCIAL	9.47 : 1	9850
PLANETÁRIO	- - - - -	- - - - -
TOTAL	124.34 : 1	9850

	REDUÇÃO TOTAL	BINÁRIO MÁXIMO M.KGS.
TRANSMISSÃO	6.54 : 1	518
TRANSMISSÃO AUXILIAR	- - - -	- - - -
DIFERENCIAL	3.09 : 1	1605
PLANETÁRIO	5.20 : 1	8320
TOTAL	105.10 : 1	8320

Fig. 2

mineiras está esquematizada na figura 3. Trata-se de uma unidade de 34 toneladas de carga útil, com dois eixos motores, cada um operado pelo seu motor independente, por meio de converso-

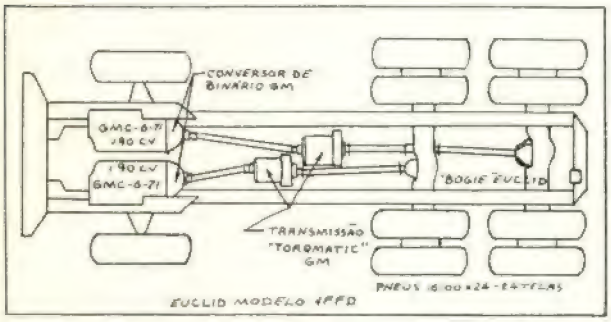


Fig. 3

res de binário motor e de transmissões semi-automáticas. As velocidades de transmissão são mudadas pela mesma alavanca. A velocidade máxima desta unidade é de 47 Kms/h.

Normalmente os camiões para fora das estradas são de dois ou de três eixos e não possuem transmissão ao eixo dianteiro ou de direcção. Pode parecer, à primeira vista, haver vantagem na transmissão ao eixo dianteiro. Contudo esta vantagem não existe ou, pelo menos, não compensaria a criação de um sistema de transmissão e direcção delicados, sobretudo se atendermos ao serviço rude a que estas unidades são destinadas. A razão principal reside em que cerca de 75 a 80 % de peso bruto da unidade se transmite únicamente ao eixo motor. Esta distribuição de peso é ainda mais acentuada nas subidas, pela transferência de peso do eixo dianteiro para o eixo motor.

Sendo unidades sobre pneus, as dimensões destes, pressões e número de telas são fixados pela «Tire and Rim Association», para velocidades de 50 Kms/h e para as potências de motores que se indicam no quadro a seguir, para os camiões de dois eixos:

Modelo	Pneus dianteiros	Pneus trazeiros	Potência dos motores em CV
Camião de 10 T	11,00 × 24 ou 12,00 × 24	12,00 × 24 (duplos)	125 — 150
» » 15 T	14,00 × 24 ou 12,00 × 24	16,00 × 24 (duplos) 14,00 × 24 (duplos)	190 — 275 150 — 190
» » 22 — 25 T	14,00 × 24	18,00 × 25 (duplos)	275 — 350
» » 30 T	18,00 × 32	18,00 × 32 (duplos)	300

Os camiões de três eixos têm, normalmente, as rodas todas com as mesmas dimensões; o o quadro seguinte dá as relações entre tonelagens, dimensões das rodas e potências para os camiões de três eixos:

Modelo	Pneus dianteiros e trazeiros	Potência dos motores em CV
Camião de 15 T	12,00 × 24	200 — 275
» » 20 T	13,00 × 24	200 — 275
» » 25 T	14,00 × 24	200 — 350
» » 34 T	14,00 × 24 ou 16,00 × 24	300 — 400

Para se obter o mais baixo custo de transporte é indispensável que exista um equilíbrio devido entre a capacidade da escavadora e a capacidade das unidades de transporte. Como regra geral de bom equilíbrio, a unidade de transporte deve ter 3 a 4 vezes a capacidade do balde da escavadora. Caso não seja possível cumprir rigorosamente esta regra, deve seguir-se esta outra de maior latitude: em operações bem equilibradas a escavadora deve carregar o camião entre três e oito colheradas. A tabela seguinte mostra as escavadoras que devem ser usadas para cada tipo de camião, dentro da última regra enunciada:

Modelo	Capacidade da caixa do camião jardas cúbicas	Capacidade do balde da escavadora jardas cúbicas	Número de colheradas para encher a caixa do camião
Camião de 10 T	6,6	3/4 a 1 1/2	8 a 4
» » 15 T	10	1 1/2 a 3	7 a 3
» » 22 T	15	2 1/2 a 5	6 a 3
» » 34 T	25	4 a 7 1/2	6 a 3
» » 50 T	32	6 a 11	5 a 3

A chave de um trabalho de terraplenagens consiste na unidade de carregamento. É ela que fixa o rendimento da obra. Deve portanto possuir-se o número de unidades de transporte necessário para que a escavadora dê o seu máximo rendimento. Alguns empreiteiros ligam tanta importância a este factor que têm sempre uma unidade de transporte pronta a entrar em serviço para garantir o trabalho da escavadora em caso de atrazo imprevisível de qualquer unidade de transporte.

Os camiões de fora das estradas são concebidos para negociar rampas com elevadas inclinações e terrenos com más condições de rolamento. É por essa razão que o seu trem de transmissão proporciona uma redução tão elevada. Por este motivo ainda, a sua velocidade de marcha tem limites de 40 a 50 kms/h.

Fig. 4

Camião Euclid de 50 toneladas descarregando

Quando se projecta a estrada em que as unidades irão circular na obra, se existe uma elevação a atingir, é necessário ter presente uma tabela das características de rendimento das unidades para se poder analisar judiciosamente qual ou quais as inclinações que devem ser consideradas, de modo a poder tirar-se o maior rendimento possível das unidades de transporte.

Consideremos, por exemplo, uma unidade cujo modelo apresente as seguintes características de rendimento, quando carregada:

	Kms/h	Máxima rampa negociável
1.ª velocidade	3,7	35 %
2.ª »	7,2	17 %
3.ª »	13,8	8 %
4.ª »	24,5	4 %
5.ª »	38,5	2 %

Se a velocidade que se pretende para a viatura carregada é de 24,5 kms/h, a inclinação máxima da rampa deve ser de 4 %. Suponhamos que esta inclinação não era possível executar-se, mas sim 5 %. Então era preferível considerar uma inclinação de 8 % para atingir a mesma elevação, com apreciável economia de comprimento de transporte, pois o camião negociará as rampas de 5 a 8 % em 3.ª velocidade, à veloci-

dade de marcha de 13,8 kms/h. É evidente que deve ser prevista uma boa conservação da estrada, uma vez que se queira considerar uma inclinação limite para uma dada velocidade. Uma má conservação conduz a maiores resistências ao rolamento e, consequentemente, a uma diminuição da máxima rampa negociável para a mesma unidade. No caso deste exemplo, alguns empreiteiros prefeririam considerar uma inclinação de 7 % para fazer face a quaisquer irregularidades da superfície de rolagem que pudessem aparecer.

A capacidade da escavadora foi fixada tendo em atenção a produção horária que se pretende obter na obra a que ela se refere. Uma vez fixada a capacidade da escavadora resta fixar a capacidade das unidades de transporte que se devem utilizar. Da tabela anterior verifica-se quais os tipos de unidades de transporte com os quais a escavadora escolhida forma uma equipa bem equilibrada. São, regra geral, dois modelos que se oferecem à escolha. É necessário então fazer um estudo económico de cada um dos modelos no mesmo ciclo de transporte. Indicamos a seguir esquemàticamente como esse estudo se conduz.

Produção horária da escavadora; capacidade em volume da unidade de transporte; carga útil máxima da mesma unidade em quilos; coeficiente de empolamento do material a transportar; capacidade em volume da unidade de transporte, para o material não empolado; peso específico do material a transportar; peso correspondente ao volume de material transportado em cada viagem; comparação deste peso com a capacidade máxima de carga útil da unidade acima referida e que não deve ser excedida; se este peso é inferior ao limite de carga útil da unidade, devem ser previstos taipais adicionais para aumento de volume da caixa, de modo a obter-se o máximo rendimento da unidade de transporte. Neste ponto da estimativa, está determinado o volume ou o peso de material transportado em cada viagem.

Procede-se seguidamente à determinação do tempo total do ciclo de transporte: tempo de carregamento + tempo de transporte + tempo de regresso + tempo de manobras e descarga + + tempo de adaptação à unidade de carregamento. Os tempos de transporte e de regresso obtém-se a partir das diferentes secções do caminho de transporte ou de regresso e das respectivas inclinações. As folhas de características dos modelos apresentam, como atrás indicámos, as tabelas das velocidades de engate, velocidades de marcha e máximas rampas negociáveis. Os outros tempos obtêm-se em tabelas onde estão relacionados os respectivos valores, os quais são provenientes de observações constantes das unidades em funcionamento, nos mais diferentes tipos de transportes.

Obtido o tempo total dispendido no ciclo completo de transporte, divide-se a «hora de 50 minutos» por esse tempo, de modo a obter-se o número de viagens que cada unidade efectua por hora. Consideram-se 50 minutos em vez de 60 para se fazer face aos atrazos que não podem ser previstos numa estimativa.

Multiplicando o número de viagens por hora pela carga útil transportada pela unidade em cada viagem, obtém-se a carga que cada unidade transporta numa hora. O cociente da produção horária da escavadora pelo valor da carga útil transportada por hora numa unidade dar-nos-á o número de unidades de transporte necessário para dar vazão à produção da escavadora.

Estabelecido o número necessário de unidades e conhecido o custo horário de cada unidade, fica conhecido o custo horário da frota de unidades de transporte. O cociente deste custo horário pela produção horária da escavadora, com a qual foi iniciada esta estimativa, dá-nos o custo de transporte e descarga da unidade de trabalho considerada na estimativa, isto é, por metro cúbico ou por tonelada.

Esta estimativa pode ser feita em impressos especiais fornecidos pelos fabricantes de equipamentos ou pelos seus agentes.

Efectuando esta estimativa de custo unitário para os dois modelos em comparação e comparado os respectivos resultados fica-se sabendo qual dos dois proporciona maior economia. É necessário também comparar os custos de aquisição das duas frotas afim de se saber também qual a mais vantajosa em relação a investimento inicial. Contudo, é o custo unitário de transporte aquele que deve decidir na escolha, na maioria dos casos.

Apresentamos a seguir o esquema que deve ser seguido para determinação do custo horário de uma unidade de transporte.

Na verba relativa a depreciação não está pre-

visto qualquer valor residual da unidade após amortisada. É difícil prever, se não impossível mesmo, qual o valor que uma unidade terá após vários anos de trabalho. Este valor dependerá da procura que as unidades desse tipo terão nessa altura, da dificuldade de obtenção de unidades novas e do cuidado de manutenção que houve durante o trabalho da unidade. É mais correcto deduzir o preço de venda da unidade velha do preço de aquisição de uma unidade nova e entrar com este preço corrigido na verba a depreciar, quando se renovar a frota.

Esta folha de custo horário deve ser fornecida pelo fabricante das unidades ou pelos seus agentes. Contudo ela pode ser executada por qualquer empreiteiro, desde que se cinja aos elementos referentes a cada tipo de unidade e que tenha em mente que os elementos refentes a um camião de fora das estradas não devem ser usados ao estabelecer o custo horário de um camião de estrada adaptado ao serviço de fora das estradas, pelas considerações que no princípio deste artigo foram feitas.

A escolha de um equipamento é sempre difícil. Deve ser feita o mais judiciosamente possível e tendo sempre presente dois factores extremamente importantes: economia de execução e confiança no desempenho da missão para que as unidades foram adquiridas. Uma escavadora de capacidade adequada e uma frota de unidades de transporte de confiança e bem equilibrada com a escavadora, conduz à finalidade que deve procurar-se sempre atingir em todas as obras: menores custos e menor prazo de execução.

MODELO

A. Custo horário de propriedade

1. *Depreciação:*
   - Custo de aquisição . . . . . —$—
   - Menos custo original dos pneus . . . . . —$—
   - Importância total a ser depreciada . . . . . —$—
   - Dividida pelo período de depreciação de x mil horas . . . . . —$—
2. *Juros, contribuições, seguro e armazenagem:*
   - Estimado em 10 % do investimento médio anual (10 % = Juro 6 %, Contr. 2 %, Seg. e arm. 2 %).
   - O investimento médio anual para N anos é P % do preço de aquisição.

$$\frac{\text{Preço de aquisição } (-\$-) \times (P\ \%)}{\text{N.º de horas de trabalho por ano } (-)} \times 10\% \ldots\ldots\ldots\ \underline{\underline{-\$-}}$$

A. *Custo total horário de propriedade* . . . . . —$—

B. Custo horário de operação e manutenção

3. *Custo de substituição dos pneus:*
   - Pneus dianteiros . . . . . —$—
   - Pneus trazeiros . . . . . —$—
   - Custo total dos pneus . . . . . —$—
   - Dividido pela vida estimada de y mil horas . . . . . —$—
4. *Reparação dos pneus,* estimado em 15 % do custo horário dos pneus . . . . . —$—
5. *Reparações,* incluindo acessórios e mão de obra . . . . . —$—
6. *Combustível,* estimado em L litros hora, a —$—/litro . . . . . —$—
7. *Óleo, massas,* incluindo trabalho de lubrificação . . . . . —$—
8. *Operador,* incluindo encargos sociais . . . . . —$—

B. *Custo total horário de operação e manutenção* . . . . . —$—

Custo total horário estimado de propridade e operação . . . . . —$—

Referências

CONSTRUCTION METHODS AND EQUIPMENT

CONTRACTORS PLANT, de O. Parrack

ESTIMATING PRODUCTION AND COSTS OF MATERIAL MOVEMENT WITH EUCLIDS.

C. D. 66.04

COMPOSIÇÃO DO DESTILADO E DO RESÍDUO NA RECTIFICAÇÃO

POR MANUEL M. FRIAS DE ALMEIDA E SÁ
(do curso de Eng.Químico-Industrial)
Assistente do I. S. T.

Embora não tenha sido elaborado com esse objectivo, o presente artigo pode também servir para mostrar aos estudantes dos primeiros anos do I. S. T., em especial, um exemplo de aplicação muito directa dos conhecimentos de uma das chamadas cadeiras básicas. Oxalá ele contribua para lhes reforçar a convicção na necessidade e importância destes conhecimentos que, aliás, só são verdadeiramente formativos quando adquiridos com a devida consciência do seu significado.

* * *

No artigo «Decantação. Destilação. Condensação», na «Técnica» n.º 198, de Janeiro de 1950, pág. 381, vem apresentado ([1]) um estudo sobre a composição do destilado e do resíduo na Rectificação, cujo conteúdo é, resumidamente, o seguinte:

Considera-se um sistema de q substâncias que são outros tantos componentes duma mistura a rectificar e designa-se por L_{oi}, D_i e W_i os números de moléculas de cada componente respectivamente na mistura inicial, no destilado e no resíduo; será

$$\begin{cases} \Sigma_i \; D_i = D \\ \Sigma_i \; W_i = W \\ D_i + W_i = L_{oi} \; (i = 1, 2, \ldots, q) \end{cases}$$

Este sistema é de $(q+2)$ equações a $(2q+2)$ incógnitas $(D_1, D_2, \ldots, D_q, W_1, W_2, \ldots, W_q, D, W)$ e pode explicitar-se assim:

$$\begin{cases} D_1 + W_1 = L_{01} \\ D_2 + W_2 = L_{02} \\ \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots \\ D_q + W_q = L_{0q} \\ D_1 + D_2 + \ldots + D_q - D = 0 \\ W_1 + W_2 + \ldots + W_q - W = 0 \end{cases}$$

Considerando as $(q+1)$ primeiras linhas e colunas, ter-se-á o determinante

$$\begin{vmatrix} 1 & 0 & \ldots & 0 & 1 \\ 0 & 1 & \ldots & 0 & 0 \\ \ldots & \ldots & \ldots & \ldots & \ldots \\ 0 & 0 & \ldots & 1 & 0 \\ 1 & 1 & \ldots & 1 & 0 \end{vmatrix}$$

([1]) Pelo Prof. Eng.º Luís Alves, a quem agradeço a apreciação que fez ao presente artigo.

cujo cálculo dá -1. Orlando este determinante com os elementos da última linha e da coluna seguinte, tem-se um determinante de ordem $(q+2)$, cujo valor se mostra ser 0. Portanto, como se sabe ([1]), o determinante principal desta matriz quadrada de ordem $(q+2)$ é o referido determinante de ordem $(q+1)$.

Ficam, portanto, $(q+1)$ variáveis independentes e o sistema pode escrever-se

$$\begin{cases} D_1 \qquad\qquad\qquad + W_1 = L_{01} \\ \qquad D_2 \qquad\qquad\qquad\quad = L_{02} - W_2 \\ \dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots \\ \qquad\qquad\qquad\qquad D_q \quad = L_{0q} - W_q \\ D_1 + D_2 + \dots + D_q \quad = D \end{cases}$$

Para que o sistema seja compatível, o eleminante tem que ser nulo. Desenvolvendo o eleminante chega-se à condição $D + W = L_0$, conclusão lógica que é a única relação a satisfazer quando se arbitrarem os valores das variáveis independentes $(W_2, \dots, W_q, D, W)$.

A resolução do sistema dá:

$$\begin{aligned} D_1 &= D - \sum_{i=2}^{q} (L_{0i} - W_i) \\ D_2 &= L_{02} - W_2 \\ &\dots\dots\dots\dots \\ D_q &= L_{0q} - W_q \\ W_1 &= \sum_{i=1}^{q} L_{0i} - \sum_{i=2}^{q} W_i - D \end{aligned}$$

tendo-se considerado só as soluções positivas — únicas de interesse prático.

Ficam, pois, por considerar outras matrizes de ordem $(q+2)$ bem como outros determinantes principais da matriz estudada. O presente trabalho tem, pois, por fim completar o estudo do sistema inicial, tanto no aspecto formal como do ponto de vista físico.

Considerem-se os seguintes determinantes de ordem $(q+2)$, menores da matriz do sistema inicial, em que se consideram como incógnitas principais as seguintes variáveis:

1) $D_1, D_2, \dots, D_q, D, W$

$$\Delta_1 = \begin{vmatrix} 1 & 0 & 0 & \dots & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & \dots & 0 & 0 & 0 \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ 0 & 0 & 0 & \dots & 1 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 1 & \dots & 1 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \dots & 0 & 0 & -1 \end{vmatrix} = 1$$

([1]) Matemáticas Gerais — Sistemas de equações lineares.

2) $D_1, D_2, \ldots, D_q, W_1\ D$

$$\Delta_2 = \begin{vmatrix} 1\,0\,0\ldots0 & 1 & 0 \\ 0\,1\,0\ldots0 & 0 & 0 \\ 0\,0\,1\ldots0 & 0 & 0 \\ \ldots\ldots\ldots\ldots & & \\ 0\,0\,0\ldots1 & 0 & 0 \\ 1\,1\,1\ldots1 & 0 & -1 \\ 0\,0\,0\ldots0 & 1 & 0 \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} 1\,0\,0\ldots0\,1 \\ 0\,1\,0\ldots0\,0 \\ 0\,0\,1\ldots0\,0 \\ \ldots\ldots\ldots \\ 0\,0\,0\ldots1\,0 \\ 0\,0\,0\ldots0\,1 \end{vmatrix} = 1$$

3) $D_1, D_2, \ldots, D_q, W_1, W$

$$\Delta_3 = \begin{vmatrix} 1\,0\,0\ldots0 & 1 & 0 \\ 0\,1\,0\ldots0 & 0 & 0 \\ 0\,0\,1\ldots0 & 0 & 0 \\ \ldots\ldots\ldots\ldots & & \\ 0\,0\,0\ldots1 & 0 & 0 \\ 1\,1\,1\ldots1 & 0 & 0 \\ 0\,0\,0\ldots0 & 1 & -1 \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} 1\,0\,0\ldots0\,1 \\ 0\,1\,0\ldots0\,0 \\ 0\,0\,1\ldots0\,0 \\ \ldots\ldots\ldots \\ 0\,0\,0\ldots1\,0 \\ 1\,1\,1\ldots1\,0 \end{vmatrix} \times (-1) = (-1)^{1+(q+2)} \begin{vmatrix} 0\,1\,0\ldots0 \\ 0\,0\,1\ldots0 \\ \ldots\ldots \\ 0\,0\,0\ldots1 \\ 1\,1\,1\ldots1 \end{vmatrix} =$$

$$= (-1)^{1+(q+2)+(q+1)} \begin{vmatrix} 1\,0\ldots0 \\ \ldots\ldots \\ 0\,0\ldots1 \end{vmatrix} = (-1)^{2q+4} = 1$$

Estes determinantes são, pois, diferentes de zero e correspondem-lhes, portanto, respectivamente, os sistemas de Cramer que se estudam a seguir:

1.º) Ao determinante Δ_1 corresponde o seguinte sistema explicitado:

$$\begin{cases} D_1 & = L_{01} - W_1 \\ \quad D_2 & = L_{02} - W_2 \\ \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots & \\ \qquad D_q & = L_{0q} - W_q \\ D_1 + D_2 + \ldots + D_q - D & = 0 \\ & -W = -(W_1 + W_2 + \ldots + W_q) \end{cases}$$

A resolução deste sistema dá:

$$D_1 = \frac{1}{\Delta_1} \times \begin{vmatrix} L_{01} - W_1 & 0\ldots0 & 0 & 0 \\ L_{02} - W_2 & 1\ldots0 & 0 & 0 \\ \ldots\ldots\ldots\ldots & & & \\ L_{0q} - W_q & 0\ldots1 & 0 & 0 \\ 0 & 1\ldots1 & -1 & 0 \\ -(W_1 + \ldots W_q) & 0\ldots0 & 0 & -1 \end{vmatrix} = L_{01} - W_1$$

como fàcilmente se conclui por ser igual a 1 o complemento algébrico de $L_{01} - W_1$ e serem nulos todos os complementos algébricos dos restantes elementos da 1.ª coluna, por terem uma linha de zeros.

Por uma questão de simetria: $D_2 = L_{02} - W_2$

$$\cdots\cdots\cdots\cdots$$

$$D_q = L_{0q} - W_q$$

Para D vem:

$$D = \begin{vmatrix} 1 & 0 & \ldots & 0 & L_{01} - W_1 & 0 \\ 0 & 1 & \ldots & 0 & L_{02} - W_2 & 0 \\ \cdots & \cdots & \cdots & \cdots & \cdots & \cdots \\ 0 & 0 & \ldots & 1 & L_{0q} - W_q & 0 \\ 1 & 1 & \ldots & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \ldots & 0 & -\sum_{i=1}^{q} W_i & -1 \end{vmatrix} = (-1)^{1+(q+2)+(q+1)} [(L_{01} - W_1) + (L_{02} - W_2) + \ldots + (L_{0q} - W_q)] = (L_{01} - W_1) + (L_{02} - W_2) + \ldots + (L_{0q} - W_q)$$

Aqui bastou calcular, como é evidente, por razões de simetria, os complementos algébricos de $(L_{01} - W_1)$ e $-\sum_{i=1}^{q} W_i$.

Finalmente, temos:

$$W = \begin{vmatrix} 1 & 0 & \ldots & 0 & 0 & L_{01} - W_1 \\ 0 & 1 & \ldots & 0 & 0 & L_{02} - W_2 \\ \cdots & \cdots & \cdots & \cdots & \cdots & \cdots \\ 0 & 0 & \ldots & 1 & 0 & L_{0q} - W_q \\ 1 & 1 & \ldots & 1 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & \ldots & 0 & 0 & -\sum_{i=1}^{q} W_i \end{vmatrix} = \sum_{i=1}^{q} W$$

como fàcilmente se obtém.

2.º) Ao determinante Δ_2 corresponde o sistema explicitado que segue:

$$\begin{cases} D_1 + W_1 = L_{01} \\ D_2 = L_{02} - W_2 \\ \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots \\ D_q = L_{0q} - W_q \\ D_1 + D_2 + \ldots + D_q - D = 0 \\ W_1 = W - \sum_{i=2}^{q} W_i \end{cases}$$

A resolução deste sistema, que aqui não desenvolvo para não sobrecargar a exposição, dá:

$$D_1 = L_{01} - W - \sum_{i=2}^{q} W_i$$

$$D_1 = L_{02} - W_2$$

$$D_3 = L_{03} - W_3$$

$$\cdots\cdots\cdots\cdots$$

$$D_q = L_{0q} - W_q$$

$$W_1 = W - \sum_{i=2}^{q} W_i$$

$$D = L_{01} - (W - \sum_{i=2}^{q} W_i) + (L_{02} - W_2) + (L_{03} - W_3) + \ldots + (L_{0q} - W_q)$$

3.º) Finalmente a Δ_3 corresponde o sistema explicitado seguinte:

$$\begin{cases} D_1 \qquad\qquad\qquad + W_1 & = L_{01} \\ \quad D_2 & = L_{02} - W_2 \\ \dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots & \\ \qquad\qquad D_q & = L_{0q} - W_q \\ D_1 + D_2 + \dots + D_q & = D \\ \qquad\qquad\qquad W_1 - W & = -\sum_{i=2}^{q} W_i \end{cases}$$

A resolução, aqui não desenvolvida pelo mesmo motivo do caso anterior dá:

$$D_1 = D - \sum_{i=2}^{q} (L_{0i} - W_i)$$

$$D_2 = L_{02} - W_2$$

$$D_q = L_{0q} - W_q$$

$$W_1 = L_{01} - [D - \sum_{i=2}^{q} (L_{0i} - W_i)]$$

$$W = L_{01} - [D - \sum_{i=2}^{q} (L_{0i} - W_i)] + \sum_{i=2}^{q} W_i$$

4) Estudados estes três determinantes de ordem $(q + 2)$, passo agora a considerar outros determinantes principais da matriz de ordem $(q + 2)$ considerada no referido artigo.

Seja, por exemplo, o determinante de ordem $(q + 1)$ de incógnitas principais D_2, D_3, . . . , D_q, W_1 e W_2:

$$\Delta_4 = \begin{vmatrix} 0\,0\,\dots\,0\,1\,0 \\ 1\,0\,\dots\,0\,0\,1 \\ 0\,1\,\dots\,0\,0\,0 \\ \dots\dots\dots \\ 0\,0\,\dots\,1\,0\,0 \\ 1\,1\,\dots\,1\,0\,0 \end{vmatrix} = (-1)^{q+1} \begin{vmatrix} 1\,0\,\dots\,0\,1 \\ 0\,1\,\dots\,0\,0 \\ \dots\dots\dots \\ 0\,0\,\dots\,1\,0 \\ 1\,1\,\dots\,1\,0 \end{vmatrix} = (-1)^{2q+2} \begin{vmatrix} 0\,1\,\dots\,0 \\ \dots\dots \\ 0\,0\,\dots\,1 \\ 1\,1\,\dots\,1 \end{vmatrix} = (-1)^{3q+2}$$

$= \pm 1$ e, portanto, diferente de 0.

O sistema pode então escrever-se

$$\begin{cases} \qquad\qquad\qquad W_1 & = L_{01} - D_1 \\ D_2 \qquad\qquad\qquad + W_2 & = L_{02} \\ \quad D_3 & = L_{03} - W_3 \\ \dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots & \\ \qquad\qquad D_q & = L_{0q} - W_q \\ D_2 + D_3 + \dots + D_q & = D - D_1 \end{cases}$$

A condição de compatibilidade dum sistema assim é o anulamento do eleminante, como atrás se viu:

$$\begin{vmatrix} 0\,0 & \ldots & 0\,1\,1 & L_{01} - D_1 \\ 1\,0 & \ldots & 0\,0\,1 & L_{02} \\ 0\,1 & \ldots & 0\,0\,0 & L_{03} - W_3 \\ \ldots & \ldots & \ldots & \ldots \\ 0\,0 & \ldots & 1\,0\,0 & L_{0q} - W_q \\ 1\,1 & \ldots & 1\,0\,0 & D - D_1 \\ 0\,0 & \ldots & 0\,1\,1 & W - \sum_{i=3}^{q} W_i \end{vmatrix}$$

Desenvolvendo segundo os elementos da última coluna, vêm os seguintes coeficientes:

— Para $(L_{01} - D_1)$:

$$(-1)^{q+3} \begin{vmatrix} 1\,0 \ldots 0\,0\,1 \\ 0\,1 \ldots 0\,0\,0 \\ \ldots\ldots\ldots \\ 0\,0 \ldots 1\,0\,0 \\ 1\,1 \ldots 1\,0\,0 \\ 0\,0 \ldots 0\,1\,1 \end{vmatrix} = (-1)^{q+3} \begin{vmatrix} 1\,0\,1 \\ 1\,0\,0 \\ 0\,1\,1 \end{vmatrix} = (-1)^{q+3}$$

tendo desenvolvido sucessivamente segundo os elementos das filas 2.ª a antepenúltima.

— Para L_{02}:

$$(-1)^{q+4} \begin{vmatrix} 0\,0 \ldots 0\,1\,0 \\ 0\,1 \ldots 0\,0\,0 \\ \ldots\ldots\ldots \\ 0\,0 \ldots 1\,0\,0 \\ 1\,1 \ldots 1\,0\,0 \\ 0\,0 \ldots 0\,1\,1 \end{vmatrix} = (-1)^{q+4} \begin{vmatrix} 0\,1\,0 \\ 1\,0\,0 \\ 0\,1\,1 \end{vmatrix} = (-1)^{q+5}$$

— Para $(L_{0q} - W_q)$:

$$\begin{vmatrix} 0\,0 \ldots 0\,0\,1\,0 \\ 1\,0 \ldots 0\,0\,0\,1 \\ 0\,1 \ldots 0\,0\,0\,0 \\ \ldots\ldots\ldots \\ 0\,0 \ldots 1\,0\,0\,0 \\ 1\,1 \ldots 1\,1\,0\,0 \\ 0\,0 \ldots 0\,0\,1\,1 \end{vmatrix} = (-1)^{q+1} \begin{vmatrix} 1\,0 \ldots 0\,0\,1 \\ 0\,1 \ldots 0\,0\,0 \\ \ldots\ldots\ldots \\ 0\,0 \ldots 1\,0\,0 \\ 1\,1 \ldots 1\,1\,0 \\ 0\,0 \ldots 0\,0\,1 \end{vmatrix} = (-1)^{q+1} \begin{vmatrix} 1\,0 \ldots 0\,0 \\ 0\,1 \ldots 0\,0 \\ \ldots\ldots\ldots \\ 0\,0 \ldots 1\,0 \\ 1\,1 \ldots 1\,1 \end{vmatrix} = (-1)^{q+1}$$

— Para $(L_{0m} - W_m)$ $(m = 3, 4, \ldots q-1)$ virá, é claro, também $(-1)^{q+1}$

— Para $(D - D_1)$ vem:

$$-\begin{vmatrix} 0\,0\ldots0\,1\,0 \\ 1\,0\ldots0\,0\,1 \\ \ldots\ldots\ldots\ldots \\ 0\,0\ldots1\,0\,0 \\ 0\,0\ldots0\,1\,1 \end{vmatrix} = (-1)^{q+2} \begin{vmatrix} 1\,0\ldots0\,1 \\ \ldots\ldots\ldots \\ 0\,0\ldots1\,0 \\ 0\,0\ldots0\,1 \end{vmatrix} = (-1)^{q+2}$$

— Finalmente, temos para $(W - \sum_{i=3}^{q} W_i)$:

$$\begin{vmatrix} 0\,0\ldots0\,1\,0 \\ 1\,0\ldots0\,0\,1 \\ \ldots\ldots\ldots\ldots \\ 0\,0\ldots1\,0\,0 \\ 1\,1\ldots1\,0\,0 \end{vmatrix} = (-1)^{q+1} \begin{vmatrix} 1\,0\ldots0\,1 \\ \ldots\ldots\ldots \\ 0\,0\ldots1\,0 \\ 1\,1\ldots1\,0 \end{vmatrix} = (-1)^{q+1} \begin{vmatrix} 1\,0\,1 \\ 0\,1\,0 \\ 1\,1\,0 \end{vmatrix} = (-1)^{q+2}$$

A condição de compatibilidade do sistema é, então:

$$(L_{01} - D_1) + L_{02} + (L_{03} - W_3) + \ldots + (L_{0q} - W_q) - (D - D_1) - (W - \sum_{i=3}^{q} W_i) = 0$$

ou

$$L_{01} + L_{02} + \ldots + L_{0q} - D - W = 0$$

ou ainda $L_0 = D + W$, isto é, a mesma condição que aparecia no determinante de incógnitas principais $D_1, D_2, \ldots, D_q, W_1$, estudado no artigo atrás referido.

A resolução do sistema dá (soluções positivas):

$$D_2 = (-1)^{3q+2} \begin{vmatrix} L_{01} - D_1 & 0 \ldots & 0\,1\,0 \\ L_{02} & 0 \ldots & 0\,0\,1 \\ L_{03} - W_3 & 1 \ldots & 0\,0\,0 \\ \ldots & \ldots & \ldots \\ L_{0q} - W_q & 0 \ldots & 1\,0\,0 \\ D - D_1 & 1 \ldots & 1\,0\,0 \end{vmatrix} = (D - D_1) - (L_{03} - W_3) - \ldots - (L_{0q} - W_q)$$

$$D_3 = L_{03} - W_3$$

$$\ldots\ldots\ldots\ldots$$

$$D_q = L_{0q} - W_q$$

$$W_1 = L_{01} - D_1$$

$$W_2 = L_{02} - [(D - D_1) - (L_{03} - W_3) - \ldots - (L_{0q} - W_q)]$$

Poder-se-iam considerar mais determinantes de ordem $(q + 2)$ e outros menores de ordem $(q + 1)$, mas isso não tem interesse do ponto de vista físico como fàcilmente se depreende se se atender a que há apenas 4 entidades a considerar aqui:

— os L_{0i}, que são dados;
— os D_i;
— D;
— W.

As considerações que se seguem vão esclarecer isto melhor.

Do ponto de vista físico não há perda de generalidade se, em vez dos D_i e W_i, se considerarem ou só os D_i ou só os W_i. Procedendo assim, aqueles sistemas simplificam-se muito no seu aspecto formal e o cálculo vem muito simplificado também. Ao mesmo tempo, torna-se mais fácil a discussão global do problema, como se mostra a seguir.

O sistema inicial

$$\begin{cases} \Sigma\ D_i = D \\ \Sigma\ W_i = W \\ D_i + W_i = L_{0i} \quad (i = 1, 2, \ldots, q) \end{cases}$$

transforma-se em:

$$\begin{cases} \Sigma\ D_i = D \\ \Sigma\ (L_{0i} - D_i) = W \end{cases}$$

que é um sistema de 2 equações a $(q+2)$ incógnitas $(D_1, D_2, \ldots, D_q, D, W)$, apresentando, como era de esperar o mesmo grau de indeterminação do primeiro.

Explicitando, vem:

$$\begin{cases} D_1 + D_2 + \ldots + D_q - D = 0 \\ D_1 + D_1 + \ldots + D_q \qquad + W = L_{01} + L_{02} + \ldots + L_{0q} = \sum_{i=1}^{q} L_{0i} \end{cases}$$

Considerando as duas primeiras colunas, tem-se o determinante:

$$\begin{vmatrix} 1 & 1 \\ 1 & 1 \end{vmatrix} = 0$$

Portanto o determinante principal desta matriz quadrada é 1 (de 1.ª ordem). A condição de compatibilidade é, neste caso:

$$\begin{vmatrix} 1 & D - \sum_{i=2}^{q} D_i \\ 1 & \sum_{i=1}^{q} L_{0i} - \sum_{i=2}^{q} D_i - W \end{vmatrix} = 0$$

donde vem $D = \sum_{i=1}^{q} L_{0i} - W = L_0 - W$, exactamente como na discussão atrás referida.

A resolução do sistema dá, simplesmente:

$$D_1 = D - \sum_{i=2}^{q} D_i$$

É claro que, em lugar da 1.ª coluna, poderia ter-se considerado outra qualquer e então seria incógnita principal o D_i correspondente. Isso, porém, não tem interesse, pois os D_i, devido à generalidade do problema, constituem, como já disse, uma entidade única.

Observação idêntica podia ter sido feita para o sistema de $(q+2)$ equações a $(2q+2)$ incógnitas.

À semelhança do que se fez anteriormente, considerem-se agora os seguintes menores de 2.ª ordem da matriz:

1.º) Incógnitas principais: D, W

$$\Delta_5 = \begin{vmatrix} -1 & 0 \\ 0 & 1 \end{vmatrix} = 1$$

Sistema explicitado:

$$\begin{cases} -D = -\sum_{i=1}^{q} D_i \\ +W = \sum_{i=1}^{q} L_{0i} - \sum_{i=1}^{q} D_i \end{cases}$$

Resolução do sistema:

$$D = -\begin{vmatrix} -\sum_{i=1}^{q} D_i & 0 \\ \sum_{i=1}^{q} L_{0i} - \sum_{i=1}^{q} D_i & 1 \end{vmatrix} = \sum_{i=1}^{q} D_i \qquad W = -\begin{vmatrix} -1 & -\sum_{i=1}^{q} D_i \\ 0 & \sum_{i=1}^{q} L_{0i} - \sum_{i=1}^{q} D_i \end{vmatrix} = \sum_{i=1}^{q} L_{0i} - \sum_{i=1}^{q} D_i$$

2.º) Incógnitas principais: D_1, D

$$\Delta_6 = \begin{vmatrix} 1 & -1 \\ 1 & 0 \end{vmatrix} = 1$$

Sistema explicitado:

$$\begin{cases} D_1 - D = \sum_{i=1}^{q} D_i \\ D_1 = \sum_{i=1}^{q} L_{0i} - \sum_{i=2}^{q} D_i - W \end{cases}$$

A resolução dá:

$$D_1 = \sum_{i=1}^{q} L_{0i} - \sum_{i=2}^{q} D_i - W$$

$$D = \sum_{i=1}^{q} L_{0i} - W$$

3.º) Incógnitas principais: D_1, W

$$\Delta_7 = \begin{vmatrix} 1 & 0 \\ 1 & 1 \end{vmatrix} = 1$$

Sistema explicitado:

$$\begin{cases} D_1 = D - \sum_{i=2}^{q} D_i \\ W = \sum_{i=1}^{q} L_{0i} - \sum_{i=1}^{q} D_i \end{cases}$$

A resolução está feita, como é evidente.

4.º) Não há outros determinantes principais a tirar da matriz inicial de 2.ª ordem, de determinante nulo.

Conclusão

Do estudo destes sistemas de 2 equações a $(q+2)$ incógnitas, conclui-se que só há 4 sistemas de interesse prático, a que corresponderão, portanto, 4 tipos de problemas de ordem prática.

Os sistemas de $(q+2)$ equações a $(2q+2)$ incógnitas que, como ficou dito, não generalizam em nadas aqueles outros comportarão, portanto, apenas 4 tipos de problemas práticos, também.

Não era pois necessário a consideração do sistema a que corresponde o determinante Δ_4 — de ordem $(q+1)$ —, o que se poderia prever até pela semelhança entre a resolução deste sistema e o sistema inicial, que figura no artigo inicialmente referido.

Esses 4 tipos de problemas práticos são, pois, representados pelos determinantes:

— Um de ordem $(q+1)$, Δ_1, Δ_2 e Δ_3; ou
— Um de 1.ª ordem, Δ_5, Δ_6 e Δ_7.

Determinante	Incógnitas principais	Variáveis a arbitrar
Ordem $(q+1)$	$D_1, D_2, \ldots, D_q\ W_1$	$W_2, W_3, \ldots, W_q, D, W$
» 1	D_1	$D_2, D_3, \ldots, D_q, D, W$
Δ_1	$D_1, D_2, \ldots, D_q, D, W$	$W_1, W_2, \ldots, W_q$
Δ_5	D, W	$D_1, D_2, \ldots, D_q$
Δ_2	$D_1, D_2, \ldots, D_q, W_1, D$	$W_2, W_3, \ldots, W_q, W$
Δ_6	D_1, D	$D_2, D_3, \ldots, D_q, W$
Δ_3	$D_1, D_2, \ldots, D_q, W_1, W$	$W_2, W_3, \ldots, W_q, D$
Δ_7	D_1, W	$D_2, D_3, \ldots, D_q, D$

Deste último quadro (coluna da direita) se deduzem imediatamente as 4 possibilidades de fixação das características de rendimento — individual e global — da rectificação duma mistura de q componentes:

1) Fixação dos rendimentos a obter em cada um dos q componentes;
2 e 3) O mesmo para $q-1$ componentes e para o destilado ou resíduo total;
4) O mesmo para $q-1$ componentes e para o destilado e resíduo totais, desde que se verifique a condição estudada ($L_0 = D + W$).

São estes, como é lógico, os casos que interessa considerar na prática.

C. D. 545:546.791

MÉTODOS DE ANÁLISE DOS MINÉRIOS DE URÂNIO

INSTITUTO DE ALTA CULTURA
Centros de Estudos de Energia Nuclear
(Laboratório de Química — I. S. T.)

Preâmbulo

Como tarefa preparatória interessando todos os Centros de Estudos da Energia Nuclear do Instituto de Alta Cultura, dedicou o Laboratório de Química parte da sua actividade, a partir de meados do ano passado, a uma revisão experimental dalguns dos métodos correntes de análise de minérios de urânio, sector no qual o Laboratório de Análises do Instituto Superior Técnico já possuía, aliás, prática apreciável.

O objectivo desta publicação é o de descrever, com suficiente minúcia para as pessoas já com certo treino de análise, as técnicas que essa revisão nos mostrou mais aconselháveis. Não houve a pretensão de descobrir novos métodos. Num ou noutro ponto introduziram-se certas modificações de pormenor e uma das técnicas descritas foi por nós elaborada; mas a índole deste trabalho é essencialmente a de selecção e compilação conscientes.

Ele será completado por outros onde se descrevam diversos métodos que possam ser úteis ao conhecimento da riqueza dos minérios radioactivos: polarografia (já publicado), cromatografia (em estudo), fluorimetria, etc.

Os métodos radiométricos, mais expeditos mas menos gerais, serão objecto de monografia especial e a dosagem doutros elementos radioactivos ou afins sê-lo-ão também na devida oportunidade. Uns e outros estão em estudo.

A publicação dos resultados desta tarefa preparatória indispensável para o objectivo dos Centros, afigura-se ser de bastante utilidade para os laboratórios portugueses e esta circunstância, por si só, justifica a iniciativa.

Desnecessário é dizer que os métodos foram estudados com minérios nossos; neste primeiro trabalho citamos especialmente as técnicas mais de aconselhar na análise dos minérios uraníferos metropolitanos.

Pedimos e desde já agradecemos todas as críticas e sugestões que nos venham a ser feitas pelas entidades e pessoas interessadas. Com este auxílio contamos para o futuro aperfeiçoamento deste trabalho.

Colaboraram neste estudo todos os bolseiros e pessoal técnico do Laboratório de Química (Instituto Superior Técnico) dos Centros de Estudos da Energia Nuclear do Instituto de Alta Cultura.

Lisboa, Junho de 1954.

O Director do Laboratório
A. Herculano de Carvalho

A análise dos minérios de urânio, dos concentrados ou dos resíduos de tratamento desses minérios, divide-se, como é regra, nas seguintes fases:

1 — preparação da amostra
2 — solubilização da amostra
3 — separação do urânio
4 — dosagem do urânio.

Descrevem-se seguidamente as normas para cada fase empregadas no Laboratório de Química dos Centros de Estudos da Energia Nuclear e referem-se outras a que se reconheceu utilidade, algumas das quais começaram já a ser ensaiadas.

1. Preparação da amostra

Fazer uma amostra média de 50 a 100 g de minério e moê-la num almofariz ([1]) até passar pelo peneiro de 500-600 malhas/cm^2. Em seguida proceder a nova amostragem para se obter, a partir da toma anterior, uma toma de cerca de 10 g.

([1]) Deve homogeneizar-se a amostra o melhor possível.

Moer esta segunda toma num almofariz de ágata, até passar toda pelo peneiro de 1600 malhas/cm² e pô-la depois na estufa a 110° até peso constante.

Finalmente pesar uma quantidade de minério seco compreendida entre 0,5 e 5 g, a qual dependerá do teor em urânio previsto ([2]).

2. Solubilização da amostra

O processo de solubilização depende do método de análise a ensaiar e do tipo de minério.

Regra geral a solubilização faz-se com água régia. No caso, porém, de o anião cloreto interferir no método de análise (como na separação do urânio por extracção pelo éter) a solubilização faz-se com ácido nítrico concentrado.

Para os minérios refractários ao ataque ácido, por exemplo os minérios muito titaníferos, a solubilização faz-se fundindo o minério com carbonato de sódio, com peróxido de sódio ou mesmo com pirosulfato alcalino ([3]), consoante a sua natureza e composição.

2,1 — *Solubilização com água régia*

Pesar 0,5 a 5 g de minério, juntar-lhe, numa cápsula, 10-25 ml de água régia e levar à secura em banho-maria. Repetir o ataque com 10-20 ml de água régia.

Retomar o resíduo final por ácido clorídrico diluído (1:10), a quente, e filtrar a solução por filtro de poros largos.

Finalmente lavar o resíduo com ácido clorídrico diluído (1:99).

2,2 — *Solubilização com ácido nítrico*

Pesar 0,5 a 5 g de minério, juntar-lhe numa cápsula 10-20 ml de ácido nítrico concentrado e levar à secura em banho-maria. Repetir o ataque. Retomar o resíduo final por cerca de 100 ml de ácido nítrico diluído (1:200) ([4]) e filtrar a solução por filtros de poros largos. Lavar o resíduo com ácido nítrico diluído.

2,3 — *Solubilização por fusão com carbonato de sódio*

Pesar 0,5 a 5 g de minério e juntar-lhe, em cadinho de platina ou de ferro, 4 a 10 vezes o seu peso de carbonato de sódio. Fundir a mistura à chama do bico Mecker ou na mufla, deixar arrefecer e, depois, colocar o cadinho numa cápsula. Desagregar a massa fundida com ácido clorídrico concentrado, lavar o cadinho e a tampa com o esguicho, e filtrar a solução por filtro de poros largos. Finalmente lavar o resíduo com ácido clorídrico diluído (1:99).

2,4 — *Solubilização por fusão com peróxido de sódio*

Pesar 0,5 a 0,8 g de minério e colocá-lo num cadinho de níquel. Juntar-lhe, pouco a pouco e agitando com uma vareta de platina, 10 vezes o seu peso de peróxido de sódio ([5]).

Fundir a mistura na mufla a 500° durante 30 a 45 minutos, e deixar arrefecer. Colocar em seguida, o cadinho num copo de precipitação de 250 ml, cobrir o copo com vidro de relógio e juntar pelo bico, cuidadosamente, pequenas quantidades de água destilada. Deixar arrefecer e, depois, lavar o cadinho e a tampa com água destilada. Acidificar a solução juntando com cuidado 25 ml de ácido sulfúrico 1:3 e lavar novamente o cadinho e a tampa com 5 ml deste ácido. Deixar ferver a solução durante cinco minutos e em seguida filtrar por filtro de poros largos. Perfazer o volume de 100 ml, ou outro mais conveniente.

2,5 — *Solubilização por fusão com pirosulfato*

Pesar 0,5 ou 0,8 g de minério e juntar-lhe num cadinho de quartzo ou de platina, 10 a 12 vezes aquele peso de pirosulfato ([6]). Aquecer o

---

([2]) Se o minério contiver arsênio, antimónio ou matéria orgânica, fazer em seguida uma ustulação a cerca de 800 C.

([3]) Pretendendo-se apenas dosear o urânio ainda é suficiente, para alguns desses minérios, o ataque com água régia (v. bibl. 5).

([4]) Quando se pretende separar o urânio por extracção pelo éter, deve juntar-se nesta altura nitrato de amónio (1 volume de NO_3NH_4 saturado mais 1 volume de NO_3H concentrado).

([5]) A fim de prolongar a duração dos cadinhos de níquel, que são atacados pelo peróxido, recomenda-se fundir prèviamente um pouco de carbonato de sódio e, durante a solidificação, espalhar a massa fundida por toda a superfície interna do cadinho, deixando-a assim solidificar. Deitar depois a mistura a fundir.

([6]) Adicionar o pirosulfato por 2 ou 3 vezes, agitando com uma vareta de platina.

cadinho à chama fraca dum bico de Bunsen, agitando, e, quando a massa tiver fundido e a fusão se tornar tranquila, aumentar a chama, tendo o cuidado de evitar perdas de anidrido sulfúrico.

Deixar a massa em fusão durante 40 a 50 minutos e agitá-la de tempos a tempos. Quando estiver límpida, aquecer então um pouco mais fortemente durante 5 a 10 minutos.

Depois, retirar o bico e deixar arrefecer, agitando sempre. Deitar no cadinho ácido sulfúrico 1:9, quente, até 2/3 do seu volume e esperar 10 a 15 minutos. Quando a massa fundida se desagregar, fazê-la caír dentro dum copo de 250 ml e perfazer o volume de cerca de 50 ml. Aquecer até desagregação completa. Filtrar a solução por filtro de poros largos e lavar o resíduo até completa eliminação dos sulfatos. Juntar à solução 5 ml de ácido sulfúrico concentrado e perfazer um volume determinado ([7]).

3. Separação do urânio

A separação do urânio pode fazer-se por vários processos, dos quais os mais importantes são o da *extracção pelo éter* e o da separação pelo *carbonato de amónio*.

3,1 — *Extracção pelo éter*

3,11 — Método

Baseia-se na solubilidade específica, em determinadas condições, do nitrato de uranilo no éter etílico.

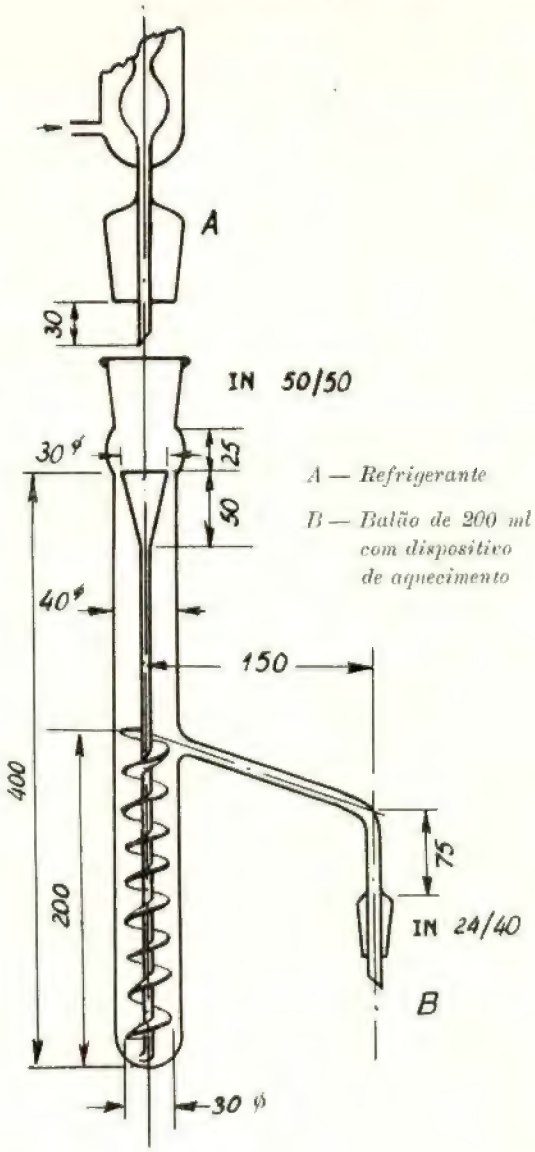
3,12 — Aparelhagem

Extractor contínuo de «Friedrich». As características estão indicadas no esquema ao lado.

Observações — A hélice de vidro do funil interno do extractor pode ser substituída, com certa vantagem, por simples chapa de vidro filtrante, de superfície e porosidade convenientes, que obtura a extremidade inferior do funil, a qual é dobrada em U, ficando a chapa no topo do ramo ascendente. Neste caso as dimensões do refrigerante terão de ser modificadas.

([7]) Supõe que o minério não contém teor apreciável de tântalo, o que exigiria tratamento especial.

Extractor de Friedrich
(Escala 1/5)



3,13 — Reagentes ([8])

a) NO_3H (d = 1,38 — 1,40)
b) NO_3H, 1 : 200
c) MnO_4K, a 0,2 %
d) NO_3NH_4, a 70 %
e) NO_3NH_4, em solução nítrica
1 volume de NO_3NH_4 saturado + 1 volume de a)
f) SO_4H_2, 1 : 1

([8]) Os símbolos NO_3H SO_4H_2, ClH, MnO_4K, NO_3NH_4,... indicados neste trabalho, referem-se indiferentemente às espécies químicas ou às soluções mais comuns respectivas (ou sais) existentes no comércio. Ao leitor advertido, isto não dará lugar a confusão.

g) NO_2Na, crist.
h) $(NO_3)_3Al$, crist.
i) $O(C_2H_5)_2$, recentemente destilado.

3,14 — Técnica operatória

Adicionar água destilada à solução final do ataque por ácido nítrico (ver 2,2), até perfazer o volume de 250 ml. Evaporar esta solução até cerca de 100 ml e, durante a evaporação, eliminar a matéria orgânica juntando MnO_4K (e) até cor rósea persistente ([9]). Adicionar 5 g de $(NO_3)_3Al$ (a). Deixar arrefecer a solução e, depois, passá-la para o extractor, empregando nas lavagens uma solução de NO_3NH_4 (d).

Deitar no balão «B» 60 ml de água mais 75 ml de $O(C_2H_5)_2$ (i) e iniciar a extracção. Ao fim de trinta minutos, ou quando se verificar a hidrólise da solução, juntar 10 ml de NO_3NH_4 (e). agitar e continuar a extracção durante mais trinta minutos. Terminada a extracção, eliminar o éter, por evaporação no banho-maria.

3,15 — Interferências

F − e Cl −: Impedem a extracção completa do urânio. O anião F −, no entanto, pode complexar-se com o nitrato de alumínio.

PO_4H^{-2}: Precipita o urânio sob a forma de PO_4HUO_2, ao baixar a concentração em nítrico da solução, impedindo consequentemente a sua extracção completa. Esse precipitado dissolve-se, para uma concentração superior a 12 %, em ácido nítrico. Para evitar a interferência, pode complexar-se o fosfato com nitrato férrico ou, de preferência, com nitrato de alumínio.

Ce, Th e As: São, juntamente com o urânio, os únicos elementos separados em quantidade apreciável. Não interferem, porém, no método ulterior de dosagem volumétrica com sal cérico ([10]).

Mo: Interfere no estado de ácido fosfomolíbdico e de ácido silicomolibdico. Juntando NO_3NH_4 (d) antes da filtração e depois do ataque, estes ácidos são eliminados por precipitação.

3,16 — Âmbito de aplicação

Este método de separação é especialmente aplicado para dosear ulteriormente o urânio volumétrica ou colorimètricamente.

O limite máximo da concentração de urânio que deve ser extraído é 100 mg/100 ml. Na extracção de quantidades superiores, forma-se geralmente um precipitado amarelo dificilmente solúvel, tratando-se possìvelmente de um nitrato básico de uranilo ([11]).

3,2 — *Separação pelo carbonato de amónio*

3,21 — Método

O método baseia-se na solubilidade do complexo $(CO_3)_3UO_2M_4$ na água (M é um catião alcalino).

3,22 — Reagentes

a) Cl_3Fe a 10 %
b) $CO_3(NH_4)_2 + OH\,NH_4$
1 volume de $CO_3(NH_4)_2$ a 20 %
1 volume de $OH\,NH_4$ concentrada
c) $CO_3(NH_4)_2 + OH\,NH_4$
1 volume de $CO_3(NH_4)_2$ a 25 %
3 volumes de $OH\,NH_4$ concentrada
d) NO_3H (d = 1,38 – 1,40)
e) $OH\,NH_4$

3,23 — Técnica operatória

Adicionar água destinada à solução filtrada do ataque com água régia até perfazer um volume conhecido ([12]). Juntar 2 ml de Cl_3Fe (a) e neutralizar com $OH\,NH_4$ (e) até início de precipitação (pH = 3,5). Juntar então 20 ml de $CO_3(NH_4)_2 + OH\,NH_4$ (b), aquecer a 60° - 80° durante meia hora e deixar assentar o precipitado. Filtrar por filtro de poros largos e lavar o precipitado com $CO_3(NH_4)_2 + OH\,NH_4$ (c). Redissolver o precipitado num mínimo de NO_3H (d) e tornar a precipitar por $OH\,NH_4 + CO_3(NH_4)_2$ como anteriormente. Filtrar e juntar a solução obtida à anterior.

Levar o filtrado à secura com NO_3H para eliminar os sais de amónio. Retomar o resíduo por pouca água, aquecer levemente e filtrar por filtro de poros largos. A solução será depois tratada segundo o método de dosagem que se quiser aplicar.

([9]) Se se formar algum precipitado, adicionar NO_3H (a) e eliminar o excesso de MnO_4K juntando um pouco de NO_2Na (g).

([10]) Antes da extracção, Ce^{+4} deve ser reduzido a Ce^{+3}, com nitrato de sódio.

([11]) P. Pascal, Traité de Chimie Minerale, vol. XI, pág. 249.

Em meio nítrico, este nitrato dissolve-se junto do nitrato de amónio.

([12]) Para teores em O_8U_3 inferiores a 0,75 %, tomar o volume total; para teores superiores, tomar uma parte alíquota desse volume.

3,24 — Interferências

PO_4H^{-2}: Precipita o urânio no estado de $PO_4H\ UO_2$ para pH = 3.

Para eliminar esta interferência é que se adiciona cloreto férrico: Fe^{+3} precipita para pH = 3,5 e arrasta PO_4^{-3} parte do qual no estado de PO4Fe. Como a operação se realiza em presença de excesso de $CO_3\ (NH_4)_2$ o urânio é complexado não havendo precipitação do fosfato de uranilo.

As, Al: Não são completamente separados de U por este processo. Porém, quando em percentagens pequenas, não interferem nos métodos ulteriores de dosagem do urânio. Se o minério contiver um teor apreciável de As, eliminá-lo pelos tratamento 3,31 ou 3,35.

Cu^{+2}: Não é separado de U por este processo porque é também complexado pelo NH_4^+. Como pode interferir no método de dosagem colorimétrica do U pelo tiocianato (v. 4,3) usar para este caso outro método de dosagem, se Cu^{+2} estiver em concentração elevada, ou então eliminá-lo prèviamente por 3,34.

3,35 — *Observação* — As operações de recuperação do urânio no precipitado pelo carbonato de amónio e de purificação do uranato de amónio, podem simplificar-se nas análises correntes.

Recomenda-se então o seguinte procedimento. Ao juntar como em 3,23 o reagente (b), adiciona-se também um pouco de polpa de papel de filtro e deixa-se 16 minutos a 60-90°, agitando de vez em quando. Deixa-se assentar um pouco e filtra-se por filtro de poros largos, lavando 3 vezes com porções de 10 ml de (c). Passa-se então o precipitado outra vez para o copo que serviu à precipitação, usando um jacto de esguicho, contendo água destilada e inclinando convenientemente o funil. Junta-se 2-3 g de carbonato de amónio sólido e aquece-se a 60-80° durante 10 minutos agitando de vez em quando. Filtra-se novamente para o mesmo filtro e lava-se 5 vezes com (c) aquecido a 60°. O filtrado com as águas de lavagem é evaporado então a pequeno volume e levado à secura com NO_3H.

O resíduo assim obtido, depois de dissolvido, serve para a aplicação imediata do método de doseamento que se deseje. No entanto, se quiser usar-se o método ponderal convém retomar o resíduo com um pouco de água destilada, aquecer levemente e filtrar por filtro de poros apertados. Aplicar então ao filtrado o método 4,1.

3,3 — *Outros métodos de separação*

Vêm descritos na literatura outros métodos de separação de interesse geral e ainda outros a que se tem de recorrer em certos casos particulares. Convém referir os seguintes:

3,31 — Separação por coluna de celulose (ver bibl. 3).

O método consiste essencialmente em fazer passar uma solução de nitrato de uranilo, em éter ou em acetato de etilo contendo ácido nítrico a 5 %, por uma coluna de celuloso. UO_2^{+2} não é absorvido, atravessando a coluna com facilidade, enquanto a maioria dos outros catiões é fortemente absorvida ou desloca-se na coluna muito devagar.

O eluido é depois adicionado de água, o solvente recuperado por destilação e o urânio doseado por qualquer dos processos conhecidos.

Este método, que exige certa prática, é muito elegante e é um dos mais rápidos.

3,32 — Separação pelo cupferron-clorofórmio.

Este método apresenta a vantagem de separar quantitativamente U de Ti e V e pode, em certos casos, conjugar-se com a electrólise com cátodo de mercúrio.

Consiste essencialmente na precipitação de Ti, Sn, V, Mo, Fe, Cu, Th, Nb, Ta pelo cupferron, em meio sulfúrico 4 N; nessas condições U^{+6} fica em solução.

Para separar os cupferratos, faz-se uma extracção com clorofórmio.

3,33 — Separação por electrólise, com cátodo de mercúrio.

O método permite, mediante emprego duma célula especial de electrólise, separar U, Be, Al, V, Ti, metais alcalinos e alcalino-terrosos dos restantes catiões em solução.

Para separar certos elementos por vezes existentes nos minérios de urânio, citam-se como úteis ainda os seguintes métodos:

3,34 — Separação pelo sulfrídico.

Este tratamento, que comporta várias operações de precipitação tem o inconveniente de aumentar a probabilidade de perdas e ser demorado.

Além disso introduz na solução ácidos politiónicos, de eliminação difícil e que interferem na

dosagem do urânio por titulometria. É porém difícil de evitar se o minério contiver teores importantes de metais do grupo do sulfrídico. A técnica do método é geralmente conhecida.

3,35 — Separação por evaporação bromídrica.

Esta operação pode ter vantagens se o minério contiver apreciável teor de As.

4. Dosagem do urânio

Feita a separação do urânio como se indicou na alínea 3, trata-se o resíduo obtido de acordo com o método escolhido para a dosagem sendo a escolha em parte determinada pelo teor da amostra em urânio.

Os métodos mais usados pertencem aos três grupos: gravimetria, volumetria e colorimetria.

4,1 — *Método gravimétrico*

4,11 — Método

Baseia-se na insolubilidade do uranato de amónio na água e na sua decomposição a 800° C, com formação de O_8U_3.

4,12 — Reagentes

a) $OHNH_4$, concentrada e isenta de carbonatos

b) NO_3NH_4 a 5 %.

4,13 — Técnica operatória

Juntar ao resíduo (ou à solução) da separação do urânio pelo carbonato de amónio (v. 3,2) gotas de ácido nítrico e, depois, diluir com água até 100 a 250 ml. Adicionar $OHNH_4$ (a) até cheiro nítido mas não muito intenso ([13]). Ferver durante um minuto. Filtrar por filtro de poros médios e lavar com solução de NO_3NH_4 (b).

Colocar o filtro num cadinho, secá-lo e queimá-lo a temperatura baixa. Calciná-lo depois, com livre acesso de ar, a 800° C, e pesar o cadinho. Por diferença de pesos obtém-se o teor da amostra em O_8U_3 ([14]).

4,14 — Erro do método

Admite-se um afastamento relativo entre os resultados de 1 a 2 %.

4,15 — Interferências

CO_3^{-2} — Interfere fortemente por complexar o urânio. É pois *indispensável usar amónia recente isenta de carbonato.*

4,2 — *Método volumétrico*

4,21 — Método

Baseia-se na redução do ião uranilo, em meio ácido, a U^{+4} por acção do zinco, cádmio, etc., ou respectivas amálgamas e ulterior oxidação a U^{+6} pelo sulfato cérico ou dicromato de potássio, em presença da ortofenantrolina ferrosa como indicador.

4,22 — Aparelhagem

Redutor de Jones (v. esquema). Para as dimensões do redutor indicado ([15]), usar cerca de 180 gramas de amálgama de Zn (v. 4,23). Para evitar o contacto com o ar, que prejudica o funcionamento normal do redutor, manter a coluna de amálgama sempre coberta de líquido ([16]). Carregar o redutor de Jones segundo as instruções do esquema. Lavar várias vezes, primeiro com água e depois com SO_4H_2 2N (v. 4,23) até não haver vestígios de Hg^{+2} na solução de lavagem.

([13]) A precipitação deve fazer-se a pH ~ 4 sendo o ponto final indicado pela passagem da cor do líquido de amarelo pálido a incolor.

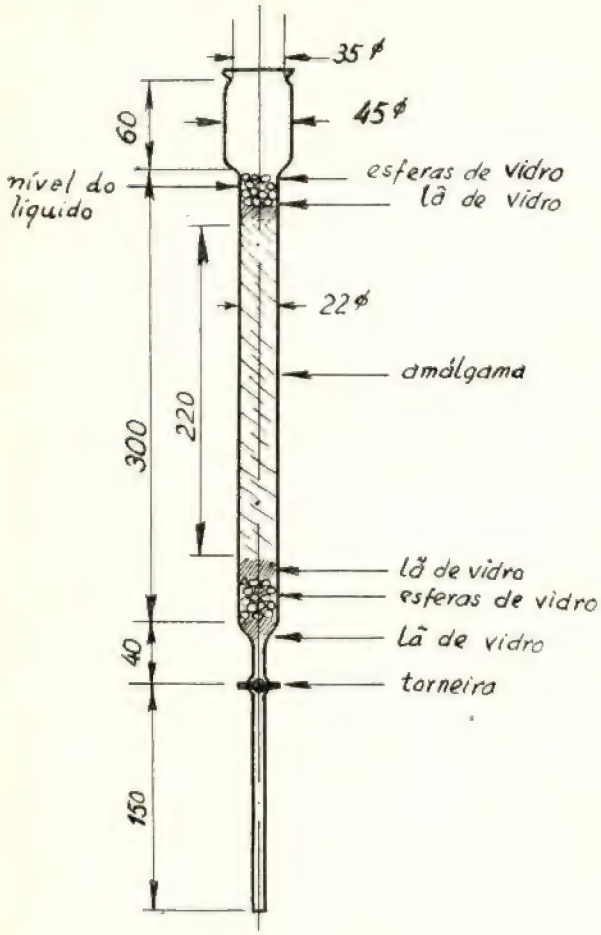
([14]) Em análises muito rigorosas convém verificar a composição de O_8U_3 obtido na calcinação. Para isso tratar o óxido em cadinho de Pt com 10 ml de FH agitar 3 a 5 minutos a frio (fica insolúvel F_4U). Juntar 10-20 ml de SO_4H_2 1:1, agitar um pouco e transferir para copo contendo 100 ml de solução fria, saturada de BO_3H_3. Agitar para dissolver e titular com MnO_4K ou Ce^{+4}.

([15]) Para soluções contendo 15-20 mg U/ml a coluna de Zn amalgamado deve ter altura de 20-30 cm e diâmetro interno de 1-2 cm.

([16]) Durante a redução e lavagens, o nível de líquido na coluna nunca deve descer abaixo do indicado no esquema.

Não estando em funcionamento, a coluna deve ficar cheia de água.

Redutor de Jones
(Escala 1/5)



4,23 — Reagentes

a) SO_4H_2 2 N
b) SO_4H_2 1 : 1
c) PO_4H_3, conc.
d) $(SO_4)_2Ce$, N/25

Preparar uma solução aproximàdamente molar de $(SO_4)_2Ce$ com SO_4H_2 (a), deixar repousar algumas semanas, filtrar, diluir e aferir. Fazer a aferição do sal cérico com solução padrão de urânio de acordo com o que se indica na técnica operatória (v. 4, 2).

e) Ortofenantrolina ferrosa, 0,025 M.

Dissolver 0,695 g de $SO_4Fe.\ 7\ OH_2$ em 100 ml de OH_2, juntar 1,49 de ortofenantrolina monohidratada e agitar até dissolução completa.

f) Amálgama de Zn a 2 %.

Pesar 200 g de grenalha de zinco, com 40 malhas por cm² de granulometria, lançar num Erlenmeyer de 500 ml, lavar com SO_4H_2 (a) e depois com água.

Dissolver 4g de Cl Hg na menor quantidade possível de água e adicionar 100 ml de ClH. Lançar a solução, a frio, sobre o zinco. Agitar vigorosamente durante três minutos. Deitar fora a solução e lavar várias vezes com água destilada.

4,24 — Técnica operatória

Juntar à solução obtida na separação de U por extracção pelo éter (V. 3,14), 8 ml de SO_4H_2 (b) e levar a fumos brancos duas vezes para eliminar o ácido nítrico.

Esgotar a água da coluna e lavar com 50 ml de SO_4H_2 (a) regulando o caudal a 45 gotas por minuto ([17]).

Lançar na coluna 100 ml da solução a analisar e recebê-la num Erlenmeyer de 500 ml.

Lavar a coluna primeiro com 50 ml de SO_4H_2 (a) e depois com água até perfazer um volume total de 300 ml.

Fazer passar pela solução uma corrente de ar durante 15 minutos ([18]).

Juntar 30 ml de SO_4H_2 (b), 5 ml de PO_4H_3 (c) e 1 a 2 gotas de ortofenantrolina ferrosa (e).

No próprio Erlenmeyer, fazer a titulação com solução de $(SO_4)_2Ce$ (d). A viragem é súbita, de vermelho para violeta, sendo o ponto final incolor. Para o final da titulação a adição do titulante deve fazer-se gota a gota.

4,25 — Interferências ([19])

NO_3^- e NO_2^- — Durante a redução originam derivados como a hidroxilamina que são posteriormente oxidados pelo soluto titulante.

Nestes casos faz-se a eliminação prévia levando duas vezes à secura com ácido sulfúrico 1 : 1.

PO_4^{-3} — Para teores de fosfato da ordem dos do urânio, há precipitação de fosfato de urânio durante a redução e na solução. Mas esse ião é também catalisador da oxidação do U^{+4} a U^{+5}, razão porque é adicionado PO_4H_3 antes da titulação.

([17]) Um aumento de velocidade evita a redução completa do urânio na amostra a analisar. Durante as lavagens pode aumentar-se a velocidade sem inconveniente. A regulação do caudal pode ser feita pela torneira inferior ou com a aspiração por trompa e neste caso a solução é recebida num balão com tubuladura lateral, intercalando entre esta e a trompa uma torneira de regulação.

([18]) O tempo de arejamento varia consoante a concentração de solução a analisar, podendo oscilar entre 5 e 25 minutos. Para as condições experimentais que foram descritas, 15 minutos é tempo suficiente.

([19]) Consultar ref. 9 da Bibliografia.

Fe^{+3}, Va^{+5}, Sn^{+4}, Ti^{+4}, Ce^{+3} — São reduzidos pela amálgama de zinco e oxidados pelo sulfato cérico. Ti^{+4} e Ce^{+3}, quando em pequenas quantidades, podem desprezar-se por serem completamente oxidados durante o arejamento.

4,26 — Cálculo dos resultados.

Se for p, em gramas, a toma inicial da amostra, e n o número de milímetros de solução N/25 de sulfato cérico gastos na titulação, a percentagem de O_8U_3 na amostra é:

$$\% \; O_8U_3 = \frac{n \times 0{,}005612}{p} \times 100$$

4,3 — *Método colorimétrico do tiocianato de amónio*

4,31 — Método

Baseia-se na formação, em meio ácido, dum complexo amarelo dos iões tiocianato e uranilo.

4,32 — Aparelhagem

Espectrofotómetro capaz de trabalhar na região dos 360 m μ.

4,33 — Reagentes

a) Cl H, N
b) Cl_2 Sn, a 10 %

Dissolver 50 gramas de Cl_2Sn em 50 ml de CIH e diluir, com água destilada, a 500 ml ([20]).

c) (S C N) NH_4 a 50 % ([21])
d) Solução padrão de urânio com a concentração de 100 mg/l em O_8U_3
e) NO_3H (d = 1,38 — 40)
f) CIH.

4,34 — Técnica operatória

4,341 — Traçado da curva padrão

Tomar, para sete balões aferidos de 50 ml, 3, 5, 7, 9, 11, 13 e 15 ml da solução padrão do urânio (d).

Juntar em cada balão 4 ml de CIH (a), ml de Cl_2Sn (b) e 10 ml de (S C N) NH_4 (c). Agitar bem e completar os volumes com água destilada.

Medir ([22]) as densidades ópticas das soluções assim obtidas, para o comprimento de onda de 360 m μ, tomando para zero da escala a densidade óptica correspondente a ensaio em branco.

Representar gràficamente as densidades ópticas medidas, em função das concentrações em O_8U_3 ([23]).

4,342 — Preparação da solução a analisar

Levar à secura a solução obtida na separação por extracção pelo éter, retomar por NO_3H (e) e levar novamente à secura ([24]).

Dissolver o resìduo na menor quantidade possível de CIH (f), filtrar e lavar com água para balão aferido de 100 ml.

Completar ao traço com água destilada.

4,343 — Determinação do teor de urânio

Tomar 20 ml da solução a analisar para balão aferido de 50 ml e proceder de modo análogo ao indicado para o traçado da curva padrão (v. 4,341).

Entrar, com a densidade óptica obtida, na curva padrão e ler o teor em O_8U_3, expresso em mg/litro. Se for p esse valor, para uma toma inicial de 5 g, a percentagem de O_8U_3 na amostra será 5 p.

4,344 — Erro do método

Admite-se um erro máximo de 5 %.

4,35 — Pode aumentar-se consideràvelmente a precisão do método colorimétrico de dosagem do urânio pelo tiocionato de amónio, utilizando a técnica da colorimetria diferencial (bibl. 6 a 11).

O processo consiste em comparar colorimètricamente a solução da amostra a analisar com soluções padrões de urânio de concentrações elevadas e não com a solução «em branco».

A técnica operatória é idêntica à do método colorimétrico vulgar:

Fazer toma em duplicado da solução a analisar contendo uma quantidade de urânio tal que

([20]) Esta solução é instável, sendo de aconselhar que não seja conservada por períodos superiores a uma semana.

([21]) Deve conservar-se em frasco amarelo e não deve ser usada além de um mês.

([22]) As medições devem fazer-se num período nunca superior a 15 minutos, a partir do momento em que se junta o tiocianato de amónio.

([23]) A lei de variação deve ser linear.

([24]) Se o método usado na separação foi o do carbonato de amónio, retomar o resíduo obtido por NO_3H e levar novamente à secura.

diluída a 50 ml fique com concentração ligeiramente superior à da solução que será tomada como padrão (a diferença entre as duas concentrações não deve ser superior a 20 mg/l de O_8U_3). Deve trabalhar-se com concentrações tão altas quanto o permitam a sensibilidade do espectrofotómetro e a máxima abertura do diafrágma compatível com suficiente selecção do comprimento de onda (utilisando o espectrofotómetro Beckman modelo B, no grau 3 de sensibilidade, é possível trabalhar na região de 150 mg/l de O_8U_3).

Se o teor da solução a analisar for completamente desconhecido, fazer ensaio prévio e determinar o teor aproximado da solução por meio do gráfico das concentrações de O_8U_3 em função das aberturas do diafrágma para levar ao zero da densidade óptica o ponteiro do galvanómetro.

Preparar as soluções a comparar de maneira idêntica à descrita no processo colorimétrico usual.

Comparar com a solução padrão feita em duplicado.

A concentração da solução a analisar é dada por

$$C = 50 \times \frac{Cp + \triangle C \times p}{V} \text{ mg/l de } O_8U_3$$

em que

Cp — concentração da solução padrão em mg/l de O_8U_3.

$\triangle C$ — variação da concentração (em mg/l de O_8U_3) por unidade de densidade óptica.

p — densidade óptica da solução desconhecida em relação à solução padrão.

V — toma em volume da solução a analisar.

Trabalhando na região de 150 mg/l de O_8U_3 conseguem-se resultados com erros inferiores a 0,5 %.

4,36 — Interferências

Fe + 3 — Usando a quantidade indicada de Cl_2Sn (b) não se verificam interferências para concentrações inferiores a 80 mg/l de Fe. Para valores superiores, evitam-se as interferências usando maiores quantidades de Cl_2Sn.

Mo + 3 — Interfere por originar uma cor alaranjada com o SCN_3 —. O meio redutor criado pelo Cl_2Sn facilita a formação de Mo + 3. Contudo, tamponizando a solução para pH = 3,3 antes da adição do redutor, um teor em Mo entre 11 e 13 % em relação ao O_8U_3 presente, causa um erro inferior a 1 %.

Cu — Interfere por originar precipitado branco de SCN Cu. Para eliminar esta interferência, separa-se o precipitado por centrifugação, quando seja necessário.

PO_4H — 2 — Não interfere até ao teor de 13 % em peso de PO_4 — 3, em relação a O_8U_3.

— *A matéria orgânica interfere;* deve eliminar-se por oxidação com permanganato de potássio. Nesse caso deve utilizar-se também este reagente no ensaio em branco.

Não há interferências para concentrações < 40 mg/1 dos iões dos seguintes elementos: Ba, Sn, Ce, La, Y, Zr, Be, Te, Br, I.

4,38 — Limites de aplicação do método

O método na técnica usual é apreciável para concentrações entre 2 e 35 mg/l de O_8U_3 e pode còmodamente ser usado para amostras com um teor em O_8U_3 variando entre 0,01 e 0,1 %.

Empregando a técnica colorimétrica diferencial (v. 4,35) o método pode ser usado còmodamente para amostras com um teor em O_8U_3 até 10 %.

4,4 — *Método colorimétrico por O_2H_2*

4,41 — Método

Baseia-se na formação do complexo alaranjado que se forma quando se adiciona O_2H_2 a uma solução de sal de uranilo (U^{+4}).

3,42 — Aparelhagem

Espectrofotómetro

4,43 — Reagentes

a) SO_4H_2, 2N

b) O_2H_2, a 20 volumes

c) Mistura de volumes iguais de OHNa a 10 % e CO_3Na_2 a 20 %

d) SO_4H_2, conc.

e) Solução padrão de urânio com a concentração de 1 gr/l em O_8U_3.

4,44 — Técnica operatória

4,441 — Traçado da curva padrão

Tomar, para balões aferidos de 50 ml, 1, 3, 5, 7 e 8 ml da solução padrão de uranilo (e). Juntar a cada balão de 10 ml de SO_4H_2 (a) e 0,5 ml de O_2H_2. Neutralizar com (c) e juntar excesso de 5 ml deste reagente. Depois de arrefecer,

completar os volumes com água destilada. Passar para copo e agitar durante uns minutos com uma vareta. Vinte minutos depois, ler as densidades ópticas para o comprimento de onda de 410 m μ, tomando para zero da escala o valor da absorpção correspondente a ensaio «em branco». Representar gràficamente as densidades ópticas, em função das concentrações em O_8U_3 ([25]).

4,448 — Preparação da solução a analisar

Levar à secura a solução de urânio obtida na separação por extracção pelo éter, retomar por ácido nítrico e levar novamente à secura ([26]).

Dissolver o resíduo na menor quantidade possível de SO_4H_2 (a), filtrar e lavar com água para balão aferido de 100 ml; completar o volume com água destilada.

4,443 — Determinação de teor de urânio.

Fazer toma de 20 ml da solução a analisar para balão aferido de 50 ml e proceder de modo análogo ao indicado para o traçado da curva-padrão (ver 4,441).

Entrar com a densidade óptica obtida na curva padrão e ler o teor de O_8U_3, expresso em mg/litro.

Se for p esse valor, para toma inicial de 5, a percentagem de O_8U_3 na amostra será de 5 p.

4,45 — Interferências

Mo^{+3}, W^{+6}: produzem coloração amarela quando se junta O_2H_2 às suas soluções alcalinas. Mas à ebulição tal coloração desaparece enquanto a coloração devida ao urânio permanece.

A interferência é desprezível para vestígios destes elementos. Para quantidades superiores a alguns miligramas há que fazer a separação. No caso do Mo^{+3} a interferência é desprezível se se deixar repousar a solução durante algumas horas.

Cr^{+3}: Interfere muito fortemente. A correcção, por comparação com padrões, não é satisfatória; tem portanto que ser eliminado. Para isso pode fazer-se dupla precipitação com $OHNH_4$ ou precipitar com $OHNH_4$ e extraír por éter a solução nítrica.

Mn: Interfere fortemente pois o dióxido coloidal oclude o urânio e catalisa a decomposição de O_2H_2.

Fe^{+3}: Em pequenas quantidades não interfere no sistema, se deixarmos repousar a solução para coagular o hidróxido.

O_2: A presença de bolhas gasosas resultantes da decomposição O_2H_2 conduz a leituras falseadas de absorpção. Convém eliminá-las, agitando a solução durante alguns minutos.

4,46 — Limites de aplicação

O método é de aplicação cómoda em amostras de teor compreendido entre 0,1 e 0,75 % de O_8U_3.

APÊNDICE

Pesquisa rápida do urânio em minérios e rochas

— A descrição dos dois ensaios seguintes destina-se a facilitar a identificação do urânio para quem não disponha de detectores radioactivos ou a confirmar a presença desse elemento quando acusada pela radiometria.

O ensaio 5,1 é acessível a qualquer pessoa e dispensa aparelhagem.

O método 5,2 destina-se especialmente às brigadas de prospecção como meio eliminatório muito expedito.

5,1 — Pelo ferrocianeto.

Funda-se na insolubilidade de $Fe(CN)_6(UO_2)_2$, de cor vermelho-castanha. Em soluções diluídas aparece apenas uma cor acastanhada mais ou menos intensa. A interferência de Fe^{+3} é eliminada pelo ião $S_2O_3^{=}$: a presença de pequenos quantidades de Cu^{+2} favorece essa redução.

5,12 — Material:

- 2 Cápsulas pequenas ($\phi \simeq 5$ cm)
- 2 Funis pequenos ($\phi \simeq 3$ cm) e filtros.
- Chapa de porcelana para reacções de gota (ou uma série de micro cadinhos de porcelana)
- Pequenas varetas de vidro.
- Frascos ou tubos conta-gotas.
- 1 lâmpada de álcool e 1 suporte com rede.

5,13 — Reagentes:

a) Ácido azótico concentrado
b) Ácido clorídrico, diluído 1:9

([25]) A lei de variação deve ser linear.

([26]) Se o método usado na separação foi o do carbonato de amónio, retomar o resíduo obtido por NO_3H e levar novamente à secura.

c) Sulfato de cobre, a 0,1 g/l de $SO_4Cu, 5OH_2$

d) Ferrocianeto de potássio a 3 %, recente.

e) Tiosulfato de sódio (ou de amónio), a 2,5 %.

5,14 — Preparação da solução:

Deitar cerca de 1 g, da amostra pulverizada, numa cápsula, juntar cerca de 5 ml de NO_3H (a), agitar bem com uma vareta e levar à secura com chama fraca. Deixar arrefecer, retomar por 10 ml de Cl H (b); aquecer um pouco e agitar. Filtrar para outra cápsula: solução *A*.

5,15 — Pesquisa — Numa das depressões da chapa ou num micro cadinho, juntar 1-2 gotas da solução A + 1 gota de c) e 3 gotas de e). Agitar com pequena vareta e juntar uma gota do reagente d).

Se houver urânio, obtém-se precipitado ou cor vermelho-castanho que com o tempo pode passar a verde (oxidação de Fe^{+2}).

Observação — Dispondo de uma solução padrão de sal de uranilo, pode ter-se, por comparação, uma ideia da ordem de grandeza do teor de urânio na amostra.

5,2 — Ensaio de fluorescência.

Os compostos de urânio em dissolução nos fluoretos alcalinos dão, à luz ultravioleta, uma fluorescência verde muito intensa. Não há pràticamente interferências. O defeito deste método é ser demasiadamente sensível, devendo as suas indicações ser confirmadas pelo método anterior (5,1).

5,21 — Material:

— Lâmpada (portátil) de raios U.V.

— Fios de platina ou de nicrómio (0,5 mm), com ansa terminal (3-4 mm de diâmetro) e embebidos, no outro extremo, numa vareta de vidro ou suporte adequado.

— Maçarico de boca e lâmpada de azeite, ou sòmente um pequeno bico de gás (de iluminação ou «Cidla»).

5,22 — Reagentes:

a) Fluoreto de sódio em pó ([27]).

b) Ácido clorídrico concentrado

([27]) Pode substituir-se este reagente pela seguinte mistura, que é mais fusível:

FNa: 1 parte (em peso); CO_3Na_2: 20 partes;

CO_3K_2: 20 partes. Neste caso a sensibilidade é um pouco diminuída.

5,23 — Pesquisa:

Da amostra finamente pulverizada e devidamente homogeneizada, tira-se o suficiente para preencher uma ranhura feita numa lâmina de vidro, com uma serrilha metálica para ampolas.

— O fio metálico, depois de mergulhado várias vezes em ácido clorídrico (b) e alternadamente levado ao rubro (para descontaminar) é novamente aquecido e mergulhada a ansa no reagente (a); funde-se e repete-se a operação até obter uma lâmina fundida do reagente que preenche toda a ansa ([28]).

Passar a pitada da amostra para a superfície da pérola e fundir durante cerca de 1 minuto. Deixar arrefecer e levar à lâmpada U. V. comparando com ensaio em branco (reagente sem a amostra, num outro fio igual).

Se a fluorescência for nula ou apenas muito ténue, trata-se de teor correspondendo a minério não utilizável. Juntar no entanto outra pitada da amostra e repetir o ensaio. Se a fluorescência for muito viva, experimentar a diluição da amostra com quartzo moído em proporções decrescentes até fluorescência muito ténue. Na técnica descrita isto corresponde a menos de 0,1 % de O_8U_3, podendo ter-se assim uma ideia grosseira da ordem de grandeza do teor do minério, consoante a diluição que foi preciso empregar.

Observação — O exame, à luz ultra-violeta, das pérolas deve fazer-se imediatamente após o seu arrefecimento à temperatura ambiente. Com o tempo dá-se um «envelhecimento» devido à migração das partículas do minério para o centro da pérola.

Uma nova fusão, restabelece porém a actividade inicial de fluorescência.

BIBLIOGRAFIA

1 — Hillebrand, Lundell, Bright e Hoffman — Applied Inorganic Analysis — 1953.

2 — C. Charlot. D. Bézier — Méthodes Modernes d'Analyse Quantitative Minérale — 1949.

3 — C. Charlot. R. Gauguin — Dosages colorimétriques — 1949.

4 — Department of Scientific and Industrial Research, Chemical Research Laboratory — Handbook of chemical methods for the

([28]) Há vantagem nesta altura em verificar, depois de arrefecida, se a pérola apresenta fluorescência aos raios U. V. (contaminação do reagente).